

Agilent 1260 Infinity Fluoreszenzdetektor

Benutzerhandbuch



Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2012, 2013

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

Microsoft ® - Microsoft is a U.S. registered trademark of Microsoft Corporation.

Handbuch-Teilenummer

G1321-92014

Ausgabe

05/2013

Gedruckt in Deutschland

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn, Germany

Dieses Produkt kann als Komponente eines In-vitro-Diagnosesystem eingesetzt werden, sofern das System bei den zuständigen Behörden registriert ist und den einschlägigen Vorschriften entspricht. Andernfalls ist es nur für den allgemeinen Laborgebrauch vorgesehen.

Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen jederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungs bedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o.ä.aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

WARNUNG

Ein WARNUNG-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

Inhalt dieses Handbuchs

Dieses Handbuch gilt für

- den Fluoreszenzdetektor Agilent 1260 Infinity (G1321B SPECTRA),
- den Fluoreszenzdetektor Agilent 1260 Infinity (G1321C) und
- den Agilent Fluoreszenzdetektor der Serie 1200 (G1321A) (obsolet).

1 Einführung zum Fluoreszenzdetektor

Dieses Kapitel bietet eine Einführung zum Detektor und einen Überblick über die Geräte.

2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Umgebungsanforderungen sowie technische Daten und Leistungsdaten.

3 Installation des Moduls

Dieses Kapitel enthält Informationen zur bevorzugten Einrichtung des Geräteturms für Ihr System und zur Installation des Moduls.

4 Verwendung des Fluoreszenzdetektors

Dieses Kapitel unterstützt Sie bei Ihren ersten Messungen.

5 Optimierung des Detektors

Dieses Kapitel bietet Informationen zur Optimierung des Detektors.

6 Fehlerbehebung und Diagnose

Dieses Kapitel bietet einen Überblick über die Fehlerbehebungs- und Diagnosefunktionen und die verschiedenen Benutzeroberflächen.

7 Fehlerbeschreibungen

Dieses Kapitel erläutert die Bedeutung der Fehlermeldungen, gibt Hinweise zu den möglichen Ursachen und empfiehlt Vorgehensweisen zur Behebung der Fehlerbedingungen.

8 Testfunktionen

In diesem Kapitel werden die integrierten Testfunktionen des Detektors beschrieben.

9 Wartung

Dieses Kapitel bietet allgemeine Informationen zur Wartung des Detektors.

10 Wartungzubehör

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Ersatzteilen.

11 Anschlusskabel

Dieses Kapitel enthält Informationen zu den Kabeln, die bei Agilent 1200 Infinity-Modulen verwendet werden.

12 Hardware-Informationen

Dieses Kapitel beschreibt den Detektor mit weiteren Einzelheiten zu Hardware und Elektronik.

13 Anhang

Dieses Kapitel enthält Sicherheitshinweise und allgemeine Informationen.

Inhalt

1
Einführung zum Fluoreszenzdetektor

Dieses Kapitel bietet eine Einführung zum Detektor und einen Überblick über die Geräte.

Einführung zum Detektor

Detektorversionen

Tabelle 1 Detektorversionen

Version	Beschreibung
G1321C	Wurde im Juni 2013 als 1260 Infinity FLD ohne Spektrenerfassung und gleichzeitige Detektion mehrerer Signale eingeführt. Die maximale Datenrate beträgt 74 Hz Die Geräte-Firmware lautet A.06.54. Steuerung durch Instant Pilot mit Firmware B.02.16, Treiber A.02.08, Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition C.01.05, OpenLAB EZChromEdition EE A.04.05, ICF A.02.01 und Lab Advisor B.02.04. Der G1321C kann nicht nach G1321A/B konvertiert werden.
G1321B SPECTRA	Wurde im Juni 2010 als 1260 Infinity FLD mit Spektrenerfassung und gleichzeitiger Detektion mehrerer Signale eingeführt. Die maximale Datenrate beträgt 74 Hz. Der G1321B kann nach G1321A konvertiert werden (Emulationsmodus). Mit der Einführung des G1321C wurde die Datenrate auf maximal 144,9 Hz erhöht (Geräte-Firmware A.06.54).
G1321A	Wurde im August 1998 als FLD der Serie 1100 mit Spektrenerfassung und gleichzeitiger Detektion mehrerer Signale eingeführt. Die maximale Datenrate beträgt 18 Hz. Nach Einführung des G1321B FLD obsolet.

Der Detektor ist ausgelegt für höchste optische Leistung, Einhaltung der GLP-Richtlinien und einfache Wartung. Er bietet folgende Funktionen:

- Blitzlampe für höchste Empfindlichkeit und eine niedrige Nachweisgrenze
- Multiwellenlängen-Betriebsart für Online-Spektren (G1321B SPECTRA)
- Spektrenerfassung und gleichzeitige Detektion von mehreren Signalen (G1321B SPECTRA)
- Optional ist eine Küvette für Offline-Messungen erhältlich
- Einfacher Zugang zur Durchflusszelle, um einen schnellen Austausch vornehmen zu können
- Integrierte Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit.

Spezifikationen finden Sie unter “Leistungsdaten” auf Seite 40

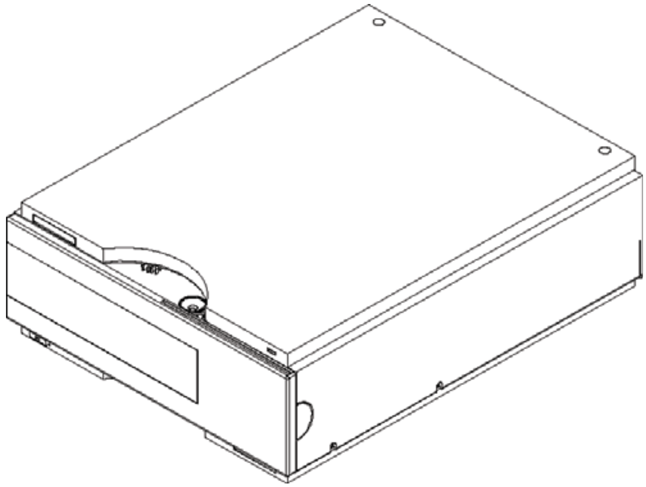


Abbildung 1 Der Agilent Fluoreszenzdetektor 1260 Infinity

Funktionsweise des Detektors

Lumineszenzdetektion

Unter *Lumineszenz* versteht man die Lichtemission, die bei der Rückkehr eines angeregten Moleküls in seinen Grundzustand auftritt. Den angeregten Zustand erreichen Moleküle durch unterschiedliche Energieformen und Anregungsprozesse. Wenn diese Anregung mit Lichtenergie geschieht, wird der gesamte Prozess *Photolumineszenz* genannt.

Die Emission von Licht ist prinzipiell das Gegenteil von Lichtabsorption. Informationen hierzu finden Sie unter Abbildung 2 auf Seite 12. Beispielsweise sind bei Natriumdampf die Absorptions- und Emissionsspektren eine einzelne Linie mit derselben Wellenlänge. Die Absorptions- und Emissionsspektren gelöster organischer Moleküle hingegen erzeugen Banden statt Linien.

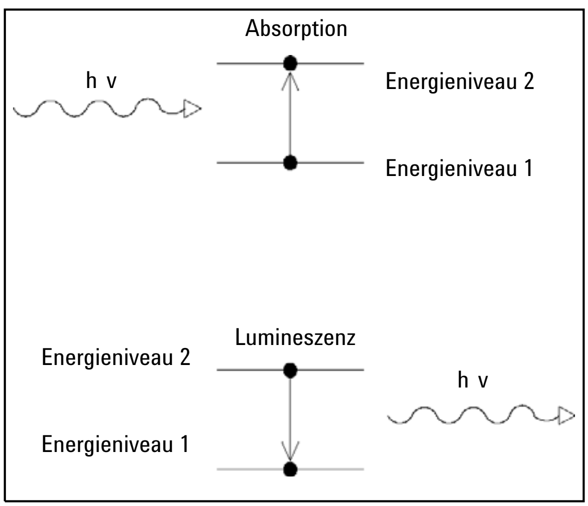


Abbildung 2 Absorption und Emission von Licht

Wenn ein komplexeres Molekül vom Grundzustand in einen angeregten Zustand versetzt wird, wird die absorbierte Energie auf verschiedene Vibrations- und Rotationssubniveaus verteilt. Bei der Rückkehr von einem Vibrations- und Rotationssubniveau in den Grundzustand erfolgt im ersten Schritt

eine Relaxation, ohne dass dabei Strahlung abgegeben wird. Im nächsten Schritt gelangt das Molekül aus diesem Energiezustand in ein Vibrations- und Rotationssubniveau des Grundzustandes und gibt dabei Lichtstrahlung ab. Informationen hierzu finden Sie unter Abbildung 3 auf Seite 13. Das charakteristische Absorptionsmaximum einer Substanz ist λ_{EX}, das Emissionsmaximum ist λ_{EM}.

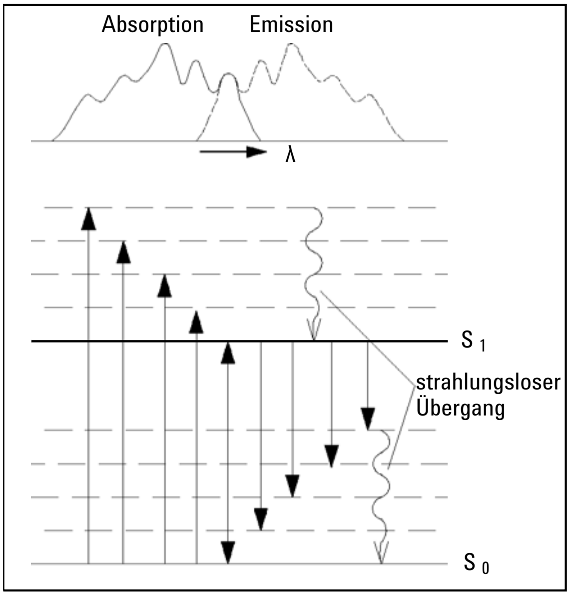


Abbildung 3 Zusammenhang der Anregungs- und Emissionswellenlängen

Photolumineszenz ist der zusammenfassende Begriff für die beiden Phänomene *Fluoreszenz* und *Phosphoreszenz*. Der Hauptunterschied zwischen beiden ist die Zeitverzögerung, in der die Emission nach der Anregung beobachtet wird. Fluoreszenz nennt man die Lichtemission, die 10^{-9} bis 10^{-5} Sekunden nach einer Anregung auftritt. Phosphoreszenz nennt man die Lichtemission, die nach mehr als 10^{-3} Sekunden nach einer Anregung auftritt.

Phosphoreszenz ist deshalb ein langsamerer Prozess, weil eines der angeregten Elektronen seinen Spin ändern muss, z. B. bei einer Kollision mit einem Lösungsmittelmolekül. Das angeregte Molekül befindet sich nun im so genannten „Triplettzustand“ (T). Informationen hierzu finden Sie unter Abbildung 4 auf Seite 14.

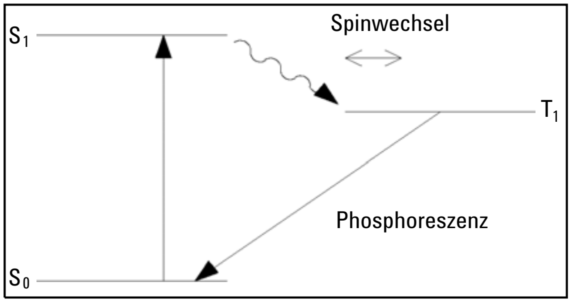


Abbildung 4 Energieübergänge der Phosphoreszenz

Das Molekül muss seinen Spinzustand erneut ändern, bevor es in den Grundzustand zurückkehren kann. Da die Wahrscheinlichkeit der für eine Spinänderung erforderlichen Kollision mit einem anderen Molekül gering ist, verbleibt das Molekül einige Zeit im Triplettzustand. Während der zweiten Spinänderung verliert das Molekül mehr Energie durch strahlungslose Relaxation. Das Licht der Phosphoreszenz ist daher energieärmer und wird bei einer längeren Wellenlänge abgegeben als bei der Fluoreszenz.

Formel: $E = h \times \lambda^{-1}$

Dabei gilt:

E ist die Energie

h ist die Planck'sche Konstante

λ ist die Wellenlänge

Raman-Effekt

Der Raman-Effekt tritt auf, wenn das einfallende Licht Probenmoleküle anregt, die das Licht dann streuen. Das meiste Licht wird mit der Wellenlänge des einfallenden Lichts gestreut. Ein geringer Anteil wird mit einer anderen Wellenlänge gestreut. Diese inelastische Streuung wird Raman-Streuung genannt. Sie ist eine Folge der veränderten Molekülbewegungen.

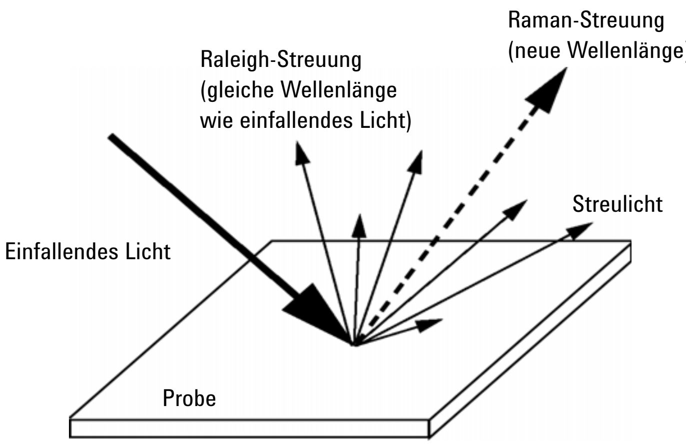


Abbildung 5 Raman

Die Energiedifferenz zwischen dem einfallenden Licht (E_i) und dem durch den Raman-Effekt gestreuten Licht (E_s) entspricht exakt der Energiemenge, die zur Schwingungsanregung des Moleküls erforderlich war (E_v). Diese Energiemenge wird Raman-Verschiebung genannt.

$E_v = E_i - E_s$

Häufig werden unterschiedliche Raman-verschobene Signale beobachtet. Jede Verschiebung ist mit unterschiedlichen Schwingungs- und Rotationszuständen eines Moleküls in der Probe verbunden. Das Molekül selbst und die Art seiner Umgebung bestimmen, ob und welche Raman-Signale beobachtet werden.

Die Darstellung der Raman-Intensität im Vergleich zur Raman-Verschiebung ergibt das Raman-Spektrum.

Optikeinheit

Abbildung 6 auf Seite 17 zeigt alle Elemente des Optiksystems: Xenon-Blitzlampe, Anregungskondensorlinse, Anregungsspalt, Spiegel, Anregungsgitter, Durchflusszelle, Emissionskondensorlinse, Sperrfilter, Emissionsspalt, Emissionsgitter und Photomultiplierröhre. Sie sind innerhalb eines Metallrahmens im Detektorraum angeordnet. Der Fluoreszenzdetektor verfügt über eine Optikeinheit mit zwei Gittern, so dass Anregungs- und Emissionswellenlängen gewählt werden können. Die Durchflusszelle kann von der Gerätevorderseite aus erreicht werden.

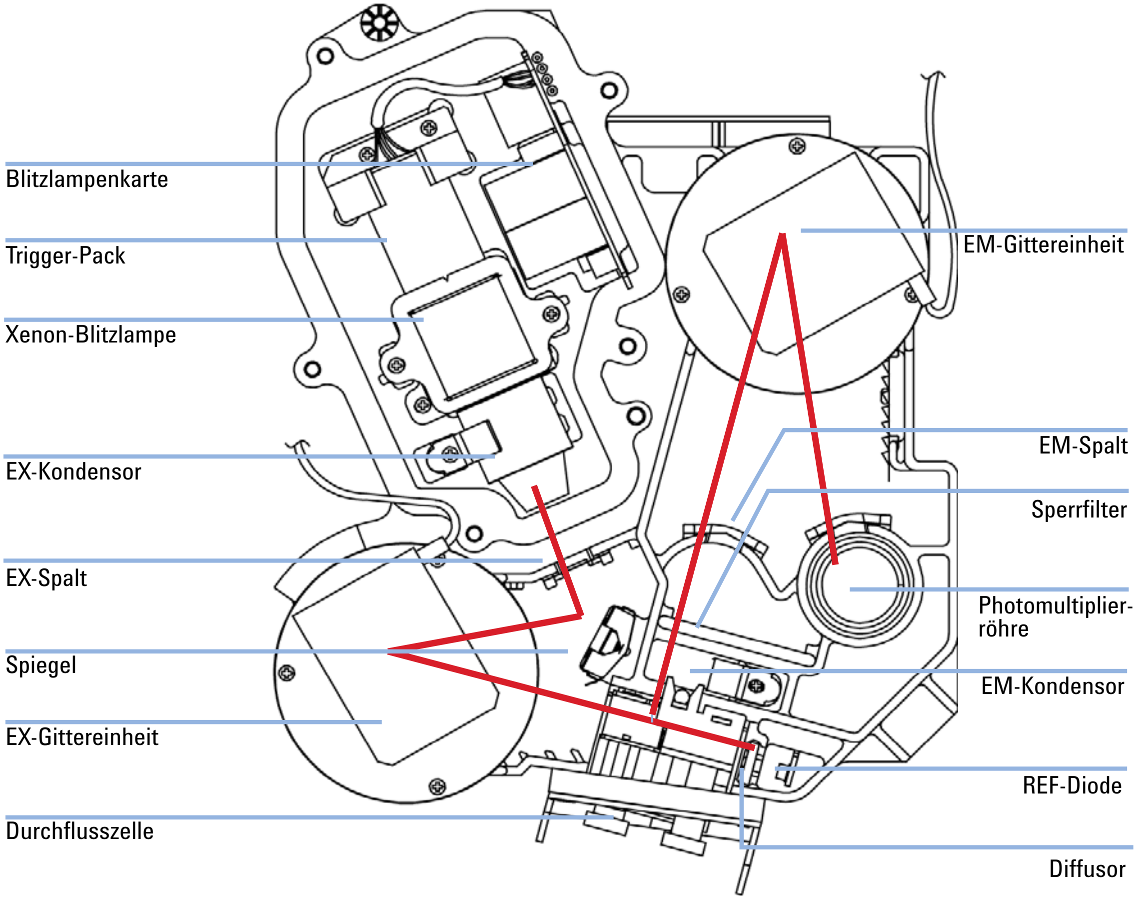


Abbildung 6 Optikeinheit

Als Lichtquelle dient eine Xenon-Blitzlampe. Ein Blitz dauert 3 µs und liefert ein kontinuierliches Spektrum im Bereich von 200 nm bis 900 nm. Die Energieverteilung der Lampe kann als Prozentsatz in Intervallen von 100 nm angegeben werden (siehe Abbildung 7 auf Seite 18). Die Lebensdauer der Lampe beträgt einige Tausend Stunden und hängt von den Anforderungen an die Empfindlichkeit ab. Sie können für die Lampe Voreinstellungen wählen, so dass diese nur während eines Analysenlaufs eingeschaltet wird. Die Lampe kann so lange eingesetzt werden, bis sie nicht mehr zündet, das Rauschniveau kann mit der Zeit jedoch ansteigen.

Besonders unterhalb von 250 nm tritt ein im Vergleich zum sichtbaren Licht deutlich höherer photochemischer Abbau von Substanzen auf. Die Voreinstellung „LAMP ON during run“ (Lampe während Analyse ein) oder die Betriebsart „Economy“ (Energiesparmodus) können die Lebensdauer der Lampe erheblich verlängern.

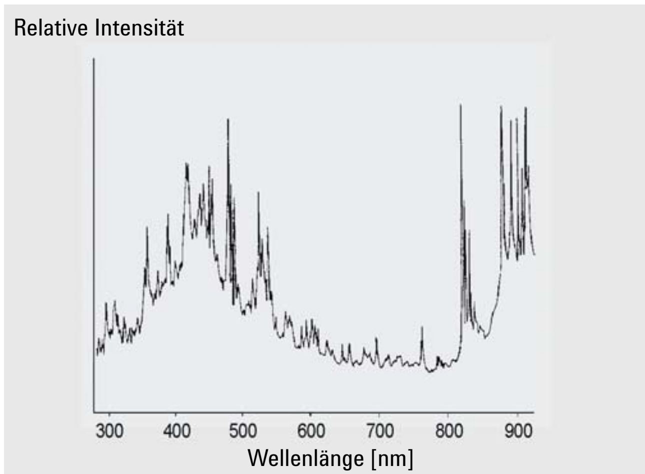


Abbildung 7 Energieverteilung der Lampe nach Herstellerangaben

Die von der Lampe abgegebene Strahlung wird vom Gitter-Monochromator der Anregungsseite auf den Eingangsspalt der Zelle projiziert.

Das konkave holographische Gitter ist die Hauptkomponente des Monochromators. Es streut und reflektiert das einfallende Licht. Seine Oberfläche weist 1200 eingravierte Vertiefungen pro Millimeter auf. Die Oberfläche des Gitters ist zur Optimierung der Leistungsfähigkeit im sichtbaren Bereich mit einer Beschichtung versehen.

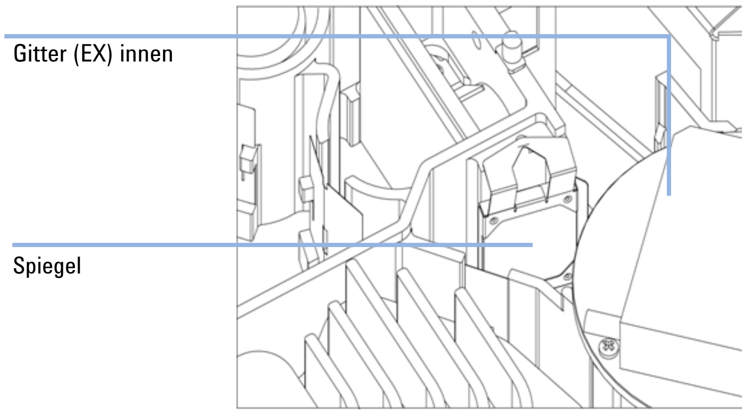


Abbildung 8 Spiegeleinheit

Die Geometrie der Gravur ist so optimiert, dass annähernd das gesamte einfallende Licht in erster Ordnung reflektiert und im UV-Bereich mit ca.70 % Effizienz gestreut wird. Die meisten verbleibenden 30 % des Lichts werden in nullter Ordnung und ohne Streuung reflektiert. Abbildung 9 auf Seite 20 zeigt den Lichtweg an der Oberfläche des Gitters.

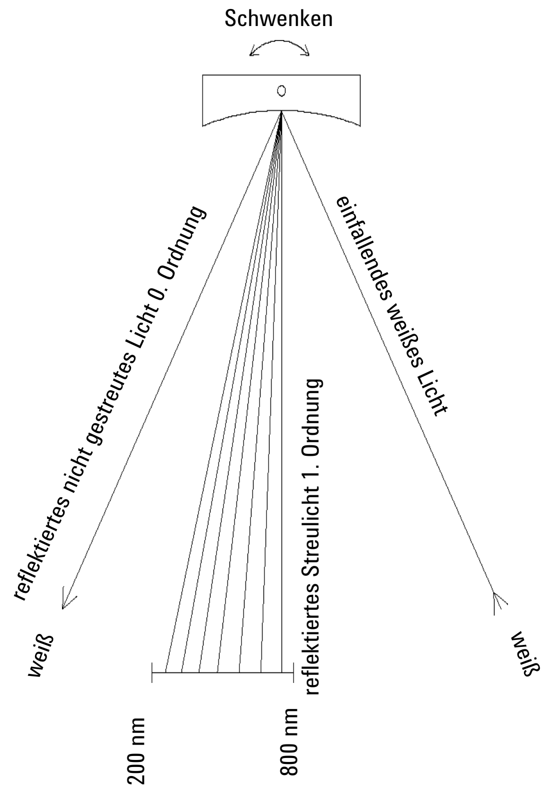


Abbildung 9 Lichtbeugung am Gitter

Das Gitter wird mit einem 3-phasigen bürstenlosen Gleichstrommotor bewegt. Die Gitterposition bestimmt die Wellenlänge oder den Wellenlängenbereich des auf die Durchflusszelle fallenden Lichts. Das Gitter kann seine Position und damit die Wellenlänge während eines Analysenlaufs programmgesteuert ändern.

Bei Spektrenaufnahmen und während der Multiwellenlängendetektion rotiert das Gitter mit 4000 U/min.

Anregungs- und Emissionsgitter sind ähnlich aufgebaut und verfügen nur über unterschiedliche Beschichtungen. Das Anregungsgitter reflektiert den Großteil des Lichts erster Ordnung im UV-Bereich von 250 nm, das Emissionsgitter hingegen weist im sichtbaren Bereich bei ca. 400 nm eine höhere Reflektivität auf.

Die Durchflusszelle ist ein massives Quarzteil, das einem maximalen Gegendruck von 20 bar standhält. Überhöhter Gegendruck führt zum Bruch der Zelle. Daher wird der Betrieb des Detektors mit einem kurzen Weg zum Abfluss und geringem Gegendruck empfohlen. Im Körper der Zelle ist ein optischer Spalt integriert.

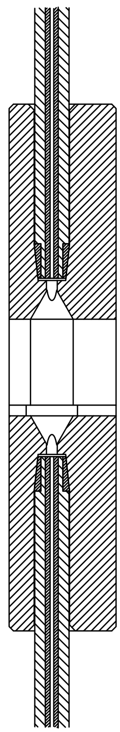


Abbildung 10 Querschnitt der Durchflusszelle

Die von der Probe in der Durchflusszelle abgegebene Lumineszenz wird von einer im rechten Winkel zum einfallenden Licht angeordneten zweiten Linse erfasst und durch einen zweiten optischen Spalt geleitet. Vor dem Eintreffen der Lumineszenzstrahlung auf dem Emissions-Monochromator entfernt ein Sperrfilter das Licht unterhalb einer bestimmten Wellenlänge. Damit wird Rauschen durch Streulicht erster und zweiter Ordnung verringert (siehe Abbildung 9 auf Seite 20).

Das Licht der ausgewählten Wellenlänge trifft auf den Eingangsspalt des Photomultipliers in der Optikeinheit. Die Bandbreite des emittierten Lichts beträgt 20 nm.

Die auf der Photokathode (Abbildung 11 auf Seite 22) eintreffenden Photonen erzeugen Elektronen. Diese Elektronen werden in einem elektrischen Feld zwischen mehreren bogenförmigen Dynoden beschleunigt. In Abhängigkeit von der Spannungsdifferenz zwischen je einem Paar von Dynoden kann ein eintreffendes Elektron die Abgabe weiterer Elektronen auslösen, die dann ebenfalls auf der nächsten Dynode eintreffen. Dies führt zu einer lawinenartigen Verstärkung: Schließlich werden so viele Elektronen erzeugt, dass ein Stromfluss gemessen werden kann. Die Verstärkungsleistung ist eine Funktion der Spannung an den Dioden und wird von einem Mikroprozessor gesteuert. Sie können die Verstärkung mit der Funktion PMT GAIN festlegen.

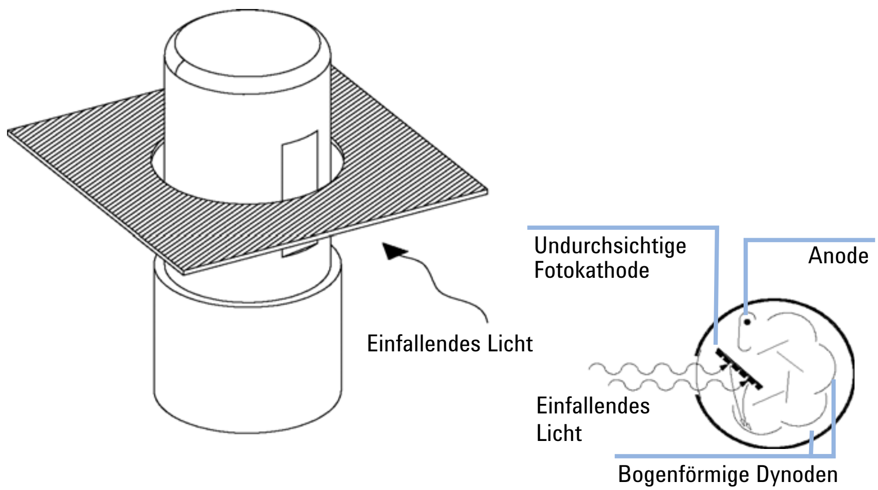


Abbildung 11 Photomultiplierröhre

Diese kompakte Bauart wird „Side-on Photomultiplier“ genannt und weist eine schnelle Ansprechzeit auf, wodurch alle Vorteile des kurzen Lichtwegs genutzt werden, wie in Abbildung 6 auf Seite 17 dargestellt.

Jede PMT ist zum Einsatz in spezifischen Wellenlängenbereichen ausgelegt. Die Standard-PMT bietet eine optimale Empfindlichkeit im Bereich von 200 bis 600 nm. Bei längeren Wellenlängen kann eine „rotempfindliche“ PMT die Leistungsfähigkeit deutlich erhöhen.

Referenzsystem

Die hinter der Durchflusszelle angeordnete Referenzdiode erfasst das Anregungslicht (EX), das die Durchflusszelle passiert. Außerdem korrigiert sie Fluktuationen der Blitzlampe und den Langzeitdrift der Intensität. Aufgrund des nicht linearen Ausgangssignals der Diode (das von der EX-Wellenlänge abhängt) werden die Messdaten normiert.

Vor der Referenzdiode ist ein Diffusor angeordnet (siehe Abbildung 6 auf Seite 17). Der Diffusor besteht aus Quarz, reduziert die Leuchtstärke und ermöglicht die Messung der integralen Leuchtdichte.

Analytische Informationen in Primärdaten

Weiter oben wurde erläutert, wie die Primärdaten der Probe in der Optikeinheit erfasst werden. Nun stellt sich die Frage, wie diese Informationen in der analytischen Chemie genutzt werden können. In Abhängigkeit von der Chemie in der eingesetzten Anwendung kann die vom Fluoreszenzdetektor gemessene Lumineszenz unterschiedliche Merkmale aufweisen. Mit Kenntnis der zu vermessenden Probe muss der Anwender entscheiden, welche Detektionsart eingesetzt wird.

Fluoreszenzdetektion

Fluoreszierende Probenmoleküle geben Lumineszenz annähernd gleichzeitig mit der Anregung durch einen Lichtblitz ab (siehe Abbildung 12 auf Seite 24). Diese kurzzeitige Lumineszenz erfordert nach Abgabe eines Lichtblitzes durch die Lampe eine ebenfalls nur kurze Messperiode.

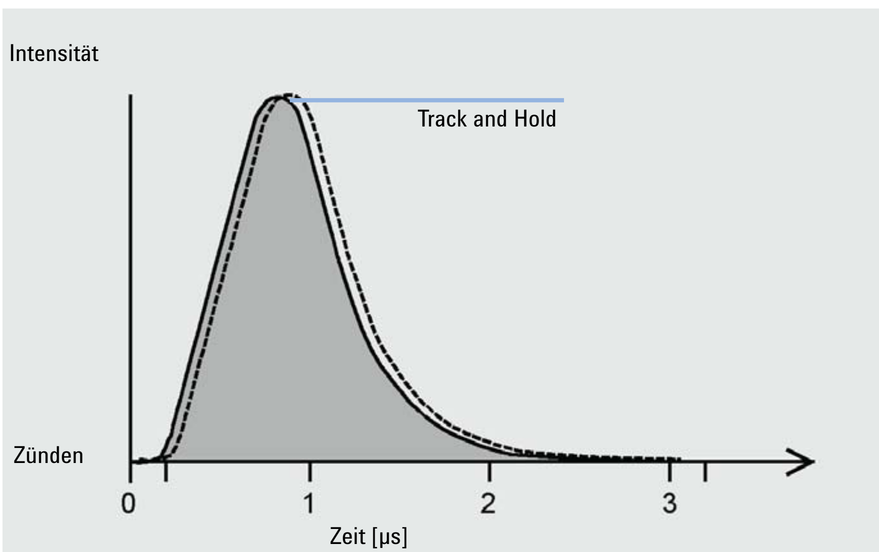


Abbildung 12 Messung von Fluoreszenz

Phosphoreszenzdetektion

Auch für die Detektion in der Betriebsart „Phosphoreszenzdetektion“ müssen unter „FLD Parameter Settings“ (Einstellung der FLD-Parameter) im Menü „Special Setpoints“ (Spezielle Sollwerte) geeignete Parameter gewählt werden.

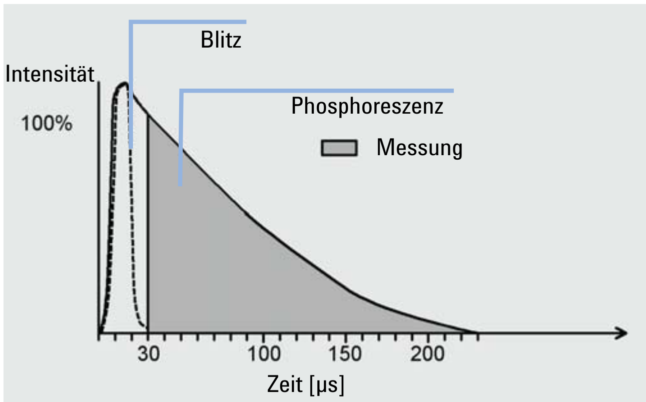


Abbildung 13 Messung der Phosphoreszenz

Verarbeitung der Rohdaten

Wenn die Lampe bei einer einzelnen Wellenlänge mit hoher Leistung blitzt, beträgt die Datenrate 296 Hz. Das bedeutet, dass Ihre Probe 296 Mal pro Sekunde mit einem Lichtblitz beleuchtet wird und die dabei erzeugte Lumineszenz der von der Säule eluierten Probenmoleküle 296 Mal pro Sekunde gemessen wird.

In den Betriebsarten „Economy“ (Energiesparmodus) oder „ Multi-wavelength“ (Multiwellenlänge) beträgt die Blitzfrequenz 74 Hz.

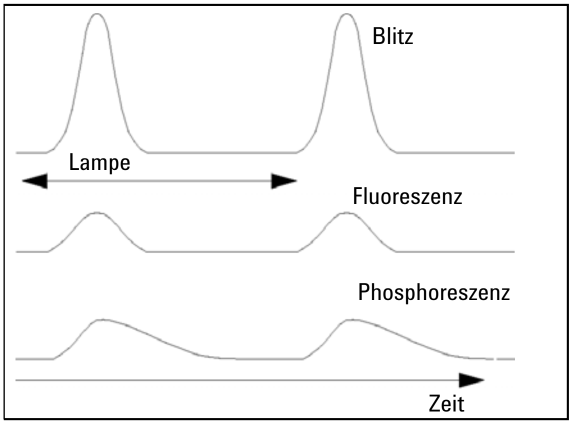


Abbildung 14 LAMP: Blitzfrequenz, Fluoreszenz und Phosphoreszenz

Sie können das Signal/Rausch-Verhältnis verbessern, indem Sie die Betriebsart „Economy“ (Energiesparmodus) nicht nutzen.

HINWEIS Die Deaktivierung des Energiesparmodus führt zu einer deutlichen Verringerung der Lampenlebensdauer. Sie können die Lebensdauer der Lampe verlängern, indem Sie die Lampe nach Ende des Analysenlaufs abschalten.

Die Datenauflösung beträgt 20 Bit bei einer Ansprechzeit von 4 Sekunden. Dieser Standardwert entspricht einer Zeitkonstanten von 1,8 Sekunden und ist gut für chromatographische Standardbedingungen geeignet. Schwache Signale können aufgrund der zu niedrigen Auflösung eine fehlerhafte Quantifizierung bedingen. Überprüfen Sie den vorgeschlagenen Wert des PMTGAIN. Falls dieser von Ihrer Einstellung deutlich abweicht, können Sie Ihre Methode ändern oder überprüfen, ob Ihr Lösungsmittel genügend rein ist. Siehe auch “Bestimmung der besten Signalverstärkung” auf Seite 121.

Mit PMTGAIN können Sie das Ausgangssignal verstärken. In Abhängigkeit der gewählten PMTGAIN-Einstellung werden für jedes Photon, das am Photomultiplier eintrifft, unterschiedlich viele Elektronen erzeugt. Durch eine Anpassung von PMTGAIN mit einer Zeittabelle während des Analysenlaufs können Sie in einem einzigen Chromatogramm gleichzeitig große und kleine Peaks bestimmen.

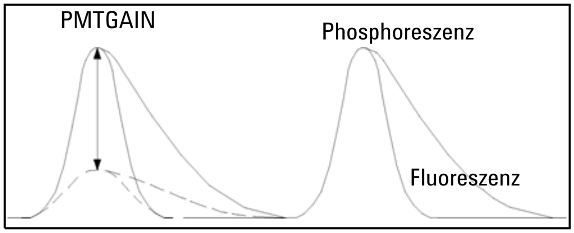


Abbildung 15 PMTGAIN: Verstärkung des Signals

Überprüfen Sie den vorgeschlagenen Wert für PMTGAIN. Abweichungen von mehr als zwei Stufen sollten in der Methode korrigiert werden.

Jede PMTGAIN-Stufe erhöht die Verstärkung um einen Faktor von ca. 2 (Bereich 0-18). Sie können die Verstärkung auf den Peak mit der höchsten Emission anpassen, indem Sie die Einstellung von PMTGAIN so lange erhöhen, bis das beste Signal/Rausch-Verhältnis erreicht wird.

Die Photonen werden zunächst konvertiert und zu einem analogen elektrischen Signal verstärkt, das hinter dem Photomultiplier erfasst wird. Anschließend wird das Signal von einem Analog-zu-Digital-Wandler in Rohdatenpunkte konvertiert. In der ersten Stufe der Datenverarbeitung werden je elf der Punkte zusammengefasst. Diese Datenbündelung verbessert das Signal/Rausch-Verhältnis.

Die gebündelten Daten, die in Abbildung 16 auf Seite 28 als große schwarze Punkte dargestellt sind, werden dann in einem „Boxcar-Filter“ gefiltert. Die Daten werden ohne Reduktion geglättet, indem von einer bestimmten Menge Datenpunkte jeweils der Mittelwert gebildet wird. Das Verfahren berechnet ständig Mittelwerte aus einer Anzahl Punkte, indem vorne ein Punkt hinzugefügt und hinten ein Punkt weggelassen wird. Die Anzahl der gefilterten Punkte entspricht stets der ursprünglichen Anzahl. Sie können die Länge dieses so genannten „Boxcar“-Elements mit der Funktion RESPONSETIME definieren. Je länger der Wert für RESPONSETIME ist, desto größer ist die Anzahl der gemittelten Punkte. Eine Vervierfachung des Werts von RESPONSETIME, z. B. von 1 s auf 4 s, verdoppelt das Signal/Rausch-Verhältnis.

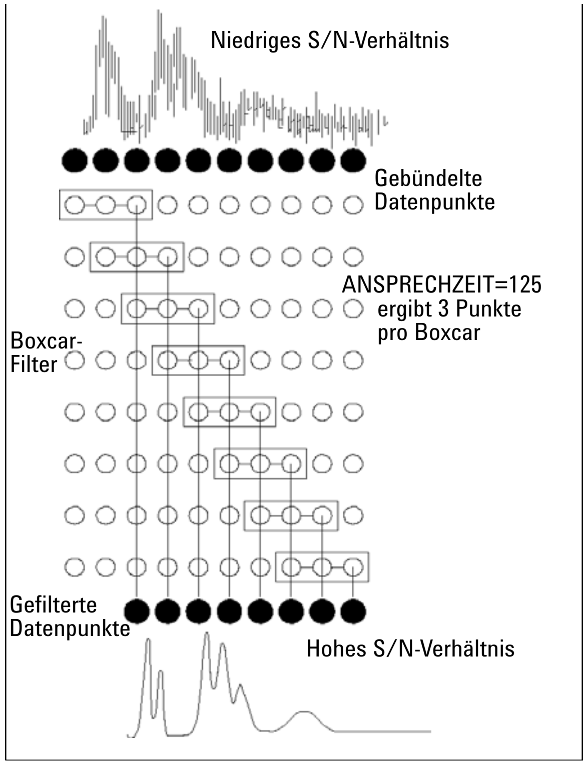


Abbildung 16 RESPONSETIME: Signal/Rausch-Verhältnis

Systemüberblick

Handhabung von Leckagen und Abfall

Die Geräte der Serie 1200 Infinity sind für sichere Handhabung von Leckagen und Abfall konstruiert. Es ist wichtig, dass alle Sicherheitskonzepte klar sind und die Anweisungen sorgfältig befolgt werden.

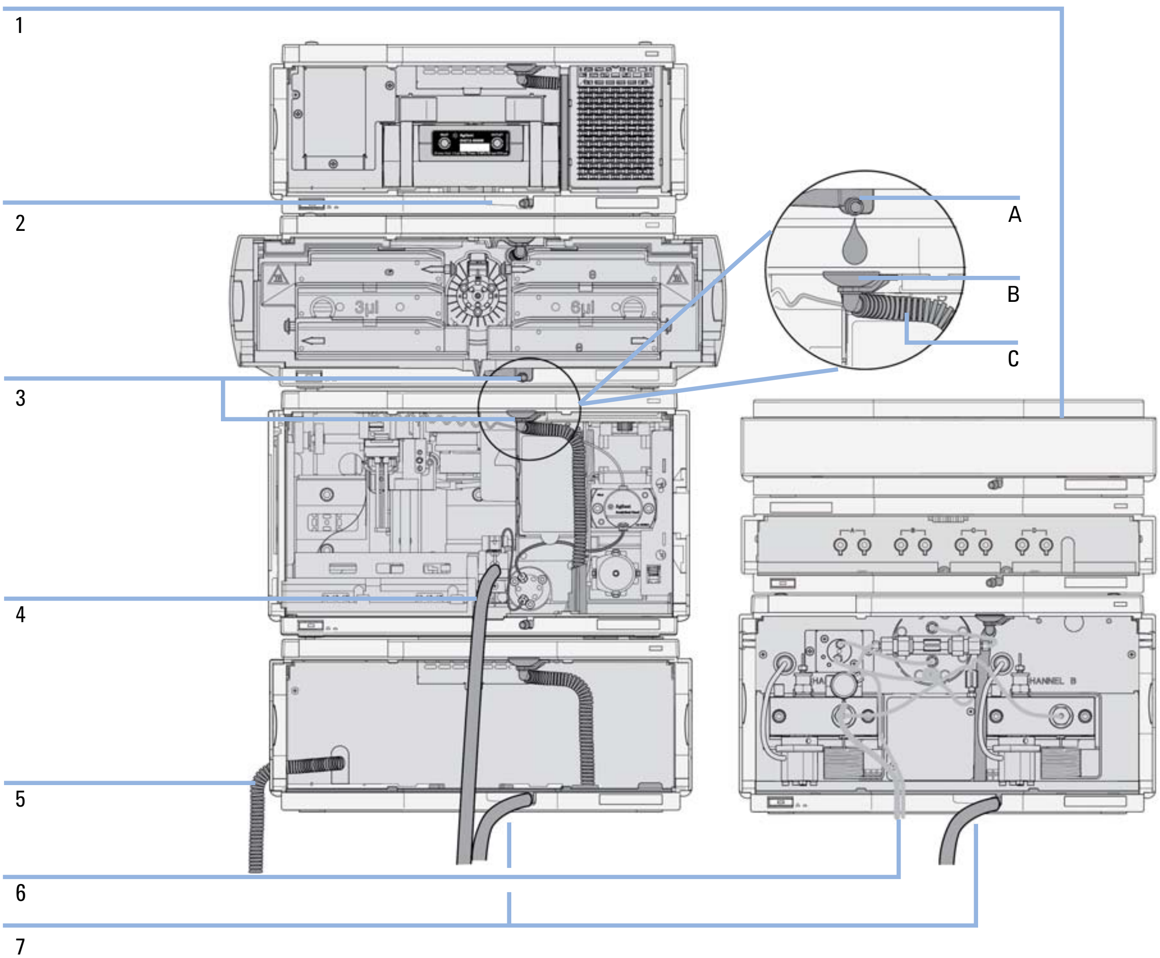


Abbildung 17 Prinzip der Handhabung von Leckagen und Abfall (Überblick - Das Beispiel zeigt eine typische Geräteanordnung)

Die Lösungsmittelwanne (1) ist zur Aufbewahrung eines maximalen Lösungsmittelvolumens von 6 L ausgelegt. Das maximale Volumen einer in der Lösungsmittelwanne aufbewahrten Einzelflasche sollte 2,5 L nicht überschreiten. Einzelheiten finden Sie im Benutzerhandbuch der Lösungsmittelwannen für die Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity (das Benutzerhandbuch ist in gedruckter Form im Lieferumfang der Lösungsmittelwanne enthalten, elektronische Kopien sind im Internet erhältlich).

Der Lecküberlauf (2) (in jedem Modul individuell konstruiert) leitet Lösungsmittel zur Vorderseite des Moduls. Mit diesem technischen Prinzip werden auch Leckagen in inneren Teilen (z. B. der Durchflusszelle des Detektors) erfasst. Der Lecksensor im Lecküberlauf stoppt das laufende System, sobald der Leckagedetektionspegel erreicht ist.

Der Auslass des Lecküberlaufs (3, A) leitet den Überlauf von einem Modul zum nächsten, indem das Lösungsmittel in den Leckagetrichter des nächsten Moduls (3, B) und in den angeschlossenen gewellten Abflussschlauch (3, C) fließt. Der gewellte Abflussschlauch leitet das Lösungsmittel zur Flüssigkeitssammelschale und zum Sensor des nächsten niedriger positionierten Moduls.

Der Abflussschlauch des Nadel-Waschanschlusses des Probengebers (4) leitet Lösungsmittel in den Abfall.

Der Kondenswasserabfluss des gekühlten Probengebers (5) leitet Kondenswasser in den Abfall.

Der Abflussschlauch des Spülventils (6) leitet Lösungsmittel in den Abfall.

Der an den Lecküberlaufauslass an jedem der unteren Geräte angeschlossene Abfallschlauch (7) leitet das Lösungsmittel in einen geeigneten Abfallbehälter.

Bioinerte Materialien

Im Agilent LC-System 1260 Infinity Bioinert werden für die medienberührten Teile auf dem Flussweg Materialien von höchster Qualität verwendet. Diese unter Biowissenschaftlern allgemein anerkannten Materialien sind gegenüber biologischen Proben ausgesprochen inert und garantieren eine optimale Kompatibilität mit gebräuchlichen Proben und Lösungsmitteln über einen weiten pH-Bereich. Im Einzelnen ist der gesamte Flussweg frei von Edelstahl und Legierungen, die Metalle wie Eisen, Nickel, Kobalt, Chrom, Molybdän oder Kupfer enthalten und mit biologischen Proben in Wechselwirkung treten können. Ab der Probeneinführung ist der Flussweg absolut metallfrei.

Tabelle 2 Bioinerte Materialien, die in Agilent Systemen 1260 Infinity verwendet werden

Modul	Materialien
Agilent quaternäre Pumpe 1260 Infinity Bioinert (G5611A)	Titan, Gold, Platin-Iridium, Keramik, Rubin, PTFE, PEEK
Agilent automatischer Hochleistungsprobengeber 1260 Infinity Bioinert (G5667A)	Vor der Probeneinführung: • Titan, Gold, PTFE, PEEK, Keramik Nach der Probeneinführung: • PEEK, Keramik
Agilent manueller Injektor 1260 Infinity Bioinert (G5628A)	PEEK, Keramik
Agilent analytischer Fraktionssammler 1260 Infinity Bioinert (G5664A)	PEEK, Keramik, PTFE
Bioinerte Durchflusszellen:	
Standardflusszelle bioinert, 10 mm, 13 µL, 120 bar (12 MPa) für MWD/DAD, einschließlich Kapillarkit Flusszellen BIO (p/n G5615-68755) (G5615-60022) (*für Agilent Diodenarray-Detektoren 1260 Infinity DAD G1315C/D*)	PEEK, Keramik, Saphir, PTFE
Max-Light-Kartuschenzelle bioinert (10 mm, V(s) 1,0 µL) (G5615-60018) und Max-Light-Kartuschenzelle bioinert (60 mm, V(s) 4,0 µL) (G5615-60017) (*für Agilent Diodenarray-Detektoren der Serie 1200 Infinity DAD G4212A/B*)	PEEK, Quarzglas
Bioinerte Flusszelle, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) einschließlich Kapillarenset Flusszellen BIO (Best.-Nr. G5615-68755) (G5615-60005) (*für Agilent Fluoreszenzdetektor 1260 Infinity FLD G1321B*)	PEEK, Quarzglas, PTFE

Tabelle 2 Bioinerte Materialien, die in Agilent Systemen 1260 Infinity verwendet werden

Modul	Materialien
Bioinerter Wärmetauscher G5616-60050 (*für Agilent Säulenthermostat 1290 Infinity G1316C*)	PEEK (stahlummantelt)
Bioinerte Ventilköpfe	G4235A, G5631A, G5639A: PEEK, Keramik (auf Basis von Al_2O_3)
Bioinerte Verbindungskapillaren	Vor der Probeneinführung: • Titan Nach der Probeneinführung: • Agilent verwendet edelstahlummantelte PEEK-Kapillaren, die den Flussweg frei von Edelstahl halten und eine Druckstabilität bis über 600 bar bieten.

HINWEIS

Um eine optimale Biokompatibilität Ihres Agilent LC-Systems 1260 Infinity Bioinert sicherzustellen, dürfen Sie für den Flussweg keine nicht-inerten Standardmodule oder Teile benutzen. Verwenden Sie nur Teile, die als Agilent „bioinert“ gekennzeichnet sind. Informationen zur Lösungsmittelkompatibilität dieser Materialien finden Sie unter “Informationen zu Lösungsmitteln für Teile des LC-Systems 1260 Infinity Bioinert” auf Seite 111.

2
Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Umgebungsanforderungen sowie technische Daten und Leistungsdaten.

Hinweise zum Aufstellort

Eine geeignete Umgebung ist für die optimale Leistungsfähigkeit des Geräts wichtig.

Hinweise zur Stromversorgung

Der Modul verfügt über ein eingebautes Universalnetzteil. Es arbeitet bei allen unter Tabelle 3 auf Seite 39 aufgeführten Spannungsbereichen. Aus diesem Grund befindet sich auf der Rückseite des Moduls kein Spannungswählschalter. Es gibt keine von außen zugänglichen Sicherungen, da automatische elektronische Sicherungen im Netzteil eingebaut sind.

WARNUNG

Wird das Netzteil an höhere als die angegebenen Spannungen angeschlossen,

kann dies zu gefährlichen Überspannungen oder sogar zur Zerstörung des Geräts führen.

→ Schließen Sie das Gerät nur an die angegebene Netzspannung an.

WARNUNG

Auch im ausgeschalteten Zustand fließt im Modul teilweise Strom, solange das Netzkabel eingesteckt ist.

Die Durchführung von Reparaturen am Modul kann zu Personenschäden wie z. B. Stromschlag führen, wenn das Gehäuse geöffnet wird, während das Modul an die Netzspannung angeschlossen ist.

→ Ziehen Sie immer das Netzkabel vom Gerät ab, bevor Sie das Gehäuse öffnen.

→ Schließen Sie das Netzkabel keinesfalls an das Gerät an, solange die Abdeckungen nicht wieder aufgesetzt worden sind.

VORSICHT

Unzugänglicher Netzstecker.

In einem Notfall muss es jederzeit möglich sein, das Gerät vom Stromnetz zu trennen.

➔ Stellen Sie sicher, dass der Netzstecker des Geräts einfach zugänglich ist und vom Stromnetz getrennt werden kann.

➔ Lassen Sie hinter der Netzbuchse des Geräts genügend Platz zum Herausziehen des Steckers.

Netzkabel

Zum Modul werden verschiedene Netzkabel angeboten. Die Buchse ist bei allen Netzkabeln gleich. Sie wird an die Netzdose an der Geräterückseite angeschlossen. Die Stecker der Kabel sind den länderweise und regional unterschiedlichen Wandsteckdosen angepasst.

WARNUNG

Nicht vorhandene Erdung oder Verwendung eines nicht spezifizierten Netzkabels

Bei der Verwendung des Geräts ohne Erdung oder mit einem nicht spezifizierten Netzkabel können Stromschläge und Kurzschlüsse verursacht werden.

➔ Betreiben Sie Ihr Gerät niemals an einer Spannungsquelle ohne Erdung.

➔ Verwenden Sie niemals ein anderes als das von Agilent zum Einsatz im jeweiligen Land bereitgestellte Kabel.

WARNUNG

Verwendung nicht im Lieferumfang enthaltener Kabel

Die Verwendung von Kabeln, die nicht von Agilent Technologies geliefert wurden, kann zu einer Beschädigung der elektronischen Komponenten oder zu Personenschäden führen.

➔ Verwenden Sie niemals andere Kabel als die, die von Agilent Technologies mitgeliefert wurden um eine gute Funktionalität und die Einhaltung EMC-gemäßer Sicherheitsbestimmungen zu gewährleisten.

WARNUNG

Nicht bestimmungsgemäße Verwendung der mitgelieferten Netzkabel

Nicht bestimmungsgemäße Verwendung von Kabeln kann zu Personenschaden und Beschädigung elektronischer Geräte führen.

➔ Verwenden Sie Kabel, die Agilent Technologies mit diesem Gerät geliefert hat, niemals anderweitig.

Platzbedarf

Aufgrund seiner Abmessungen und seines Gewichts (siehe Tabelle 3 auf Seite 39) lässt sich das Modul praktisch auf jedem Schreibtisch oder Labortisch aufstellen. Das Gerät benötigt zusätzlich auf jeder Seite 2,5 cm und an der Rückseite ca. 8 cm Platz für eine ausreichende Luftzirkulation und die elektrischen Anschlüsse.

Soll auf dem Labortisch ein komplettes HPLC-System aufgestellt werden, müssen Sie sicherstellen, dass der Labortisch für das Gesamtgewicht aller Module ausgelegt ist.

Das Modul ist in waagrechter Lage zu betreiben!

Kondensation

VORSICHT

Kondensation im Inneren des Moduls

Eine Kondensation im Geräteinneren kann die Elektronik beschädigen.

➔ Vermeiden Sie die Lagerung, den Versand oder den Betrieb des Moduls unter Bedingungen, die zu einer Kondensation im Modul führen könnten.

➔ Nach einem Transport bei kalten Temperaturen muss das Gerät zur Vermeidung von Kondensation in der Verpackung verbleiben, bis es sich auf Raumtemperatur erwärmt hat.

Technische Daten

Tabelle 3 Technische Daten

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Gewicht	11, kg	
Abmessungen (Höhe × Breite × Tiefe)	140 x 345 × 435 mm	
Netzspannung	100 – 240 VAC, ± 10 %	weiter Bereich
Netzfrequenz	50 oder 60 Hz, ± 5 %	
Stromverbrauch	180 VA / 70 W / 239 BTU	Maximal
Umgebungstemperatur bei Betrieb	0 - 40 °C (32 - 104 °F)	
Umgebungstemperatur bei Nichtbetrieb	-40 – 70 °C (-40 – 158 °F)	
Luftfeuchtigkeit	< 95 % rel. Feuchte bei 40 °C	nicht kondensierend
Betriebshöhe	Bis zu 2000 m	
Max. Höhe bei Nichtbetrieb	Bis zu 4600 m	Zur Aufbewahrung des Moduls
Sicherheitsstandards: IEC, CSA, UL	Installationskategorie II, Verschmutzungsgrad 2	Nur für den Einsatz im Innenbereich geeignet.

Leistungsdaten

Tabelle 4 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321B)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Detektortyp	Fluoreszenzdetektor mit folgenden Fähigkeiten: Multisignaldatenerfassung, schneller Online-Scan und Spektraldatenanalyse	
Leistungsdaten	Einzelne Wellenlänge: • RAMAN (H_2O) > 500 (Referenz-Rauschen gemessen bei Signalstrom) Ex=350 nm, Em=397 nm, Dunkelstrom 450 nm, Standard-Durchflusszelle • RAMAN (H_2O) > 3000 (Referenz-Rauschen gemessen bei Dunkelstrom) Ex=350 nm, Em=397 nm, Dunkelstrom 450 nm, Standard-Durchflusszelle Doppelte Wellenlänge: RAMAN (H_2O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm und Ex 350 nm, Em 450 nm, Standard-Durchflusszelle.	Siehe Hinweis unter dieser Tabelle Erläuterungen finden Sie im Servicehandbuch.
Lichtquelle	Xenon-Blitzlampe, normale Betriebsart 20 W, Energiesparmodus 5 W, Lebensdauer 4000 h	
Pulsfrequenz	296 Hz in der Betriebsart „Single Signal“ (Einzelsignal) 74 Hz im Energiesparmodus	
Maximale Datenrate	74 Hz, 145 Hz	145 Hz ab Firmware A.06.54

Tabelle 4 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321B)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Anregungs-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 300 nm	
Emissions-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 400 nm	
Referenzsystem	Direkte (Inline-) Messung der Anregung	
Programmierbare Zeittabelle:	Bis zu 4 Signalwellenlängen, Antwortzeit, PMT-Gain, Basislinienaufnahme (append, free, zero), Spektralparameter	
Spektrenerfassung	Anregungs- oder Emissionsspektren Scan-Geschwindigkeit: 28 ms pro Datenpunkt (z. B. 0,6 s/Spektrum 200 – 400 nm, 10 nm Schritt) Schrittweite: 1 – 20 nm Spektrenspeicherung: Alle	
Wellenlängencharakteristik	Reproduzierbarkeit +/- 0,2 nm Genauigkeit +/- 3 nm	
Durchflusszellen	Standard: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, Quarzglasblock Optional: • Küvette für spektroskopische Offline-Messung der Fluoreszenz mit 1 mL Spritze, 8 µL Volumen • Bioinert: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, (pH 1–12) • Mikro: 4 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum	

Tabelle 4 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321B)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Steuerung und Datenauswertung	Agilent ChemStation für LC, Agilent Instant Pilot G4208A mit beschränkten Möglichkeiten der Spektraldatenanalyse und des Spektrenausdrucks	
Analogausgänge	Schreiber/Integrator: 100 mV oder 1 V, Ausgangsbereich > 100 LU, zwei Ausgänge	100 LU ist der empfohlene Bereich, siehe *„Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD“*
Datenübertragung	CAN (Controller Area Network), RS-232C, LAN, APG Remote: Ready-, Start-, Stopp- und Shut-down-Signale	
Sicherheit und Wartung	Umfassende Unterstützung bei der Fehlerbehebung und Wartung bieten der Instant Pilot, der Agilent Lab Advisor und das Chromatographiedatensystem. Zu den sicherheitstechnischen Funktionen gehören die Leckagedetektion, die sichere Handhabung von Leckagen, bei Leckagen Signal zum Abschalten des Pumpensystems und geringe Spannungen in den wichtigsten Wartungsbereichen.	
GLP-Funktionen	Wartungsvorwarnfunktion (EMF) zur kontinuierlichen Verfolgung der Gerätenutzung hinsichtlich der Lampenbrenndauer mit vom Benutzer einstellbaren Höchstwerten und Rückmeldung an den Benutzer. Elektronische Aufzeichnung von Wartungsarbeiten und Fehlermeldungen. Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit, Nutzung der Raman-Bande von Wasser.	
Gehäuse	Alle Materialien sind wiederverwertbar.	

Tabelle 4 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321B)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Umgebung	Konstante Temperatur von 0 – 40 °C bei < 95 % relativer Luftfeuchtigkeit (nicht kondensierend)	
Abmessungen	140 mm x 345 mm x 435 mm (Höhe x Breite x Tiefe)	
Gewicht	11,5 kg (25,5 lbs)	

Tabelle 5 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321C)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Detektortyp	Eine Signalwellenlänge (Anregung und Emission)	Programmierbarer Fluoreszenzdetektor mit einer einzelnen Wellenlänge (Anregung und Emission)
Leistungsdaten	Einzelne Wellenlänge: • RAMAN (H_2O) > 500 (Referenz-Rauschen gemessen bei Signalstrom) Ex=350 nm, Em=397 nm, Dunkelstrom 450 nm, Standard-Durchflusszelle • RAMAN (H_2O) > 3000 (Referenz-Rauschen gemessen bei Dunkelstrom) Ex=350 nm, Em=397 nm, Dunkelstrom 450 nm, Standard-Durchflusszelle	Siehe Hinweis unter dieser Tabelle Erläuterungen finden Sie im Servicehandbuch.
Lichtquelle	Xenon-Blitzlampe, normale Betriebsart 20 W, Energiesparmodus 5 W, Lebensdauer 4000 h	
Pulsfrequenz	296 Hz in der Betriebsart „Single Signal“ (Einzelsignal) 74 Hz im Energiesparmodus	
Maximale Datenrate	74 Hz	

Tabelle 5 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321C)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Anregungs-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 300 nm	
Emissions-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 400 nm	
Referenzsystem	Direkte (Inline-) Messung der Anregung	
Programmierbare Zeittabelle:	Bis zu 4 Signalwellenlängen, Antwortzeit, PMT-Gain, Basislinienaufnahme (append, free, zero), Spektralparameter	
Wellenlängencharakteristik	Reproduzierbarkeit +/- 0,2 nm Genauigkeit +/- 3 nm	
Durchflusszellen	Standard: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, Quarzglasblock Optional: • Küvette für spektroskopische Offline-Messung der Fluoreszenz mit 1 mL Spritze, 8 µL Volumen • Bioinert: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, (pH 1–12) • Mikro: 4 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum	
Steuerung und Datenauswertung	Agilent ChemStation für LC, Agilent Instant Pilot G4208A mit beschränkten Möglichkeiten der Spektraldatenanalyse und des Spektrenausdrucks	

Tabelle 5 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321C)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Analogausgänge	Schreiber/Integrator: 100 mV oder 1 V, Ausgangsbereich > 100 LU, zwei Ausgänge	100 LU ist der empfohlene Bereich, siehe *„Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD“*
Datenübertragung	CAN (Controller Area Network), RS-232C, LAN, APG Remote: Ready-, Start-, Stopp- und Shut-down-Signale	
Sicherheit und Wartung	Umfassende Unterstützung bei der Fehlerbehebung und Wartung bieten der Instant Pilot, der Agilent Lab Advisor und das Chromatographiedatensystem. Zu den sicherheitstechnischen Funktionen gehören die Leckagedetektion, die sichere Handhabung von Leckagen, bei Leckagen Signal zum Abschalten des Pumpensystems und geringe Spannungen in den wichtigsten Wartungsbereichen.	
GLP-Funktionen	Wartungsvorwarnfunktion (EMF) zur kontinuierlichen Verfolgung der Gerätenutzung hinsichtlich der Lampenbrenndauer mit vom Benutzer einstellbaren Höchstwerten und Rückmeldung an den Benutzer. Elektronische Aufzeichnung von Wartungsarbeiten und Fehlermeldungen. Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit, Nutzung der Raman-Bande von Wasser.	
Gehäuse	Alle Materialien sind wiederverwertbar.	
Umgebung	Konstante Temperatur von 0 – 40 °C bei < 95 % relativer Luftfeuchtigkeit (nicht kondensierend)	

Tabelle 5 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity (G1321C)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Abmessungen	140 mm x 345 mm x 435 mm (Höhe x Breite x Tiefe)	
Gewicht	11,5 kg (25,5 lbs)	

Tabelle 6 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors der Serie 1200 (G1321A)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Detektortyp	Fluoreszenzdetektor mit folgenden Fähigkeiten: Multisignaldatenerfassung, schneller Online-Scan und Spektraldatenanalyse	
Leistungsdaten	Einzelne Wellenlänge: • RAMAN (H_2O) > 500 (Referenz-Rauschen gemessen bei Signalstrom) Ex=350 nm, Em=397 nm, Dunkelstrom 450 nm, Standard-Durchflusszelle Doppelte Wellenlänge: RAMAN (H_2O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm und Ex 350 nm, Em 450 nm, Standard-Durchflusszelle.	Siehe Hinweis unter dieser Tabelle Erläuterungen finden Sie im Servicehandbuch.
Lichtquelle	Xenon-Blitzlampe, normale Betriebsart 20 W, Energiesparmodus 5 W, Lebensdauer 4000 h	
Pulsfrequenz	296 Hz in der Betriebsart „Single Signal“ (Einzelsignal) 74 Hz im Energiesparmodus	
Maximale Datenrate	37 Hz	
Anregungs-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 300 nm	

Tabelle 6 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors der Serie 1200 (G1321A)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Emissions-Monochromator	Bereich: einstellbar 200 nm - 1200 nm und nullter Ordnung Bandbreite: 20 nm (fest) Monochromator: konkaves, holographisches Gitter, F/1.6, Vorzugswellenlänge (Blaze): 400 nm	
Referenzsystem	Direkte (Inline-) Messung der Anregung	
Programmierbare Zeittabelle:	Bis zu 4 Signalwellenlängen, Antwortzeit, PMT-Gain, Basislinienaufnahme (append, free, zero), Spektralparameter	
Spektrenerfassung	Anregungs- oder Emissionsspektren Scan-Geschwindigkeit: 28 ms pro Datenpunkt (z. B. 0,6 s/Spektrum 200 – 400 nm, 10 nm Schritt) Schrittweite: 1 – 20 nm Spektrenspeicherung: Alle	
Wellenlängencharakteristik	Reproduzierbarkeit +/- 0,2 nm Genauigkeit +/- 3 nm	
Durchflusszellen	Standard: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, Quarzglasblock Optional: • Küvette für spektroskopische Offline-Messung der Fluoreszenz mit 1 mL Spritze, 8 µL Volumen • Bioinert: 8 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum, (pH 1–12) • Mikro: 4 µL Volumen und 20 bar (2 MPa) Druckmaximum	
Steuerung und Datenauswertung	Agilent ChemStation für LC, Agilent Instant Pilot G4208A mit beschränkten Möglichkeiten der Spektraldatenanalyse und des Spektrenausdrucks	

Tabelle 6 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors der Serie 1200 (G1321A)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Analogausgänge	Schreiber/Integrator: 100 mV oder 1 V, Ausgangsbereich > 100 LU, zwei Ausgänge	100 LU ist der empfohlene Bereich, siehe *„Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD“*
Datenübertragung	CAN (Controller Area Network), RS-232C, LAN, APG Remote: Ready-, Start-, Stopp- und Shut-down-Signale	
Sicherheit und Wartung	Umfangreiche Diagnosefunktionen, Fehlererkennung und -anzeige (über Instant Pilot G4208A und ChemStation), Leckagedetektion, sichere Handhabung von Leckagen, bei Leckagen Signal zum Abschalten des Pumpensystems. Geringe Spannungen in den wichtigsten Wartungsbereichen.	
GLP-Funktionen	Wartungsvorwarnfunktion (EMF) zur kontinuierlichen Verfolgung der Gerätenutzung hinsichtlich der Lampenbrenndauer mit vom Benutzer einstellbaren Höchstwerten und Rückmeldung an den Benutzer. Elektronische Aufzeichnung von Wartungsarbeiten und Fehlermeldungen. Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit, Nutzung der Raman-Bande von Wasser.	
Gehäuse	Alle Materialien sind wiederverwertbar.	
Umgebung	Konstante Temperatur von 0 – 40 °C bei < 95 % relativer Luftfeuchtigkeit (nicht kondensierend)	

Tabelle 6 Leistungsdaten des Agilent Fluoreszenzdetektors der Serie 1200 (G1321A)

Typ	Spezifikation	Anmerkungen
Abmessungen	140 mm x 345 mm x 435 mm (Höhe x Breite x Tiefe)	
Gewicht	11,5 kg (25,5 lbs)	

3 Installation des Moduls

Dieses Kapitel enthält Informationen zur bevorzugten Einrichtung des Geräteturms für Ihr System und zur Installation des Moduls.

Auspacken des Moduls

Beschädigte Verpackung

Falls die Lieferverpackung äußerliche Schäden aufweist, wenden Sie sich bitte sofort an den Agilent Kundendienst. Informieren Sie Ihren Kundendienstmitarbeiter, dass das Gerät auf dem Versandweg beschädigt worden sein könnte.

VORSICHT

Bei Ankunft beschädigt

Installieren Sie das Modul nicht, wenn Sie Anzeichen einer Beschädigung entdecken. Es ist eine Überprüfung durch Agilent erforderlich, um zu beurteilen, ob das Gerät intakt oder beschädigt ist.

➔ Setzen Sie den Agilent Kundendienst über den Schaden in Kenntnis.

➔ Ein Agilent Kundendienstmitarbeiter begutachtet das Gerät an Ihrem Standort und leitet die erforderlichen Maßnahmen ein.

Checkliste Lieferumfang

Vergewissern Sie sich, dass sämtliche Teile und Verbrauchsmaterialien zusammen mit Ihrem Modul geliefert wurden. Eine Checkliste für den Lieferumfang finden Sie unten.

Identifizieren Sie die Teile anhand der grafischen Darstellungen in "Wartungzubehör" auf Seite 205

Im Fall fehlender oder defekter Teile wenden Sie sich bitte an die zuständige Niederlassung von Agilent Technologies.

Tabelle 7 Detektor-Checkliste

Beschreibung	**Anzahl**
Detektor	1
Netzkabel	1
CAN-Kabel	1
Durchflusszelle	wie bestellt
Optionale Durchflusszelle/Küvette	wie bestellt
Benutzerhandbuch	auf Dokumentations-CD (Teil der Lieferung - nicht modulspezifisch)
Zubehörset (siehe "Standard-Zubehörkit" auf Seite 208)	1

Optimieren der Geräteanordnung

Wenn Ihr Modul Teil eines kompletten Agilent 1260 Infinity LC-Systems ist, erzielen Sie mit folgenden Konfigurationen eine optimale Leistung. Diese Konfigurationen sorgen für einen optimalen Flussweg mit minimalem Verzögerungsvolumen.

Geräteanordnung mit einem Turm

Sie erzielen eine optimale Leistung, wenn Sie die Module des Agilent 1260 Infinity LC-Systems in folgender Anordnung installieren (siehe Abbildung 18 auf Seite 55 und Abbildung 19 auf Seite 56). Diese Konfiguration optimiert den Flussweg hinsichtlich minimalem Verzögerungsvolumen und minimiert den erforderlichen Platzbedarf.

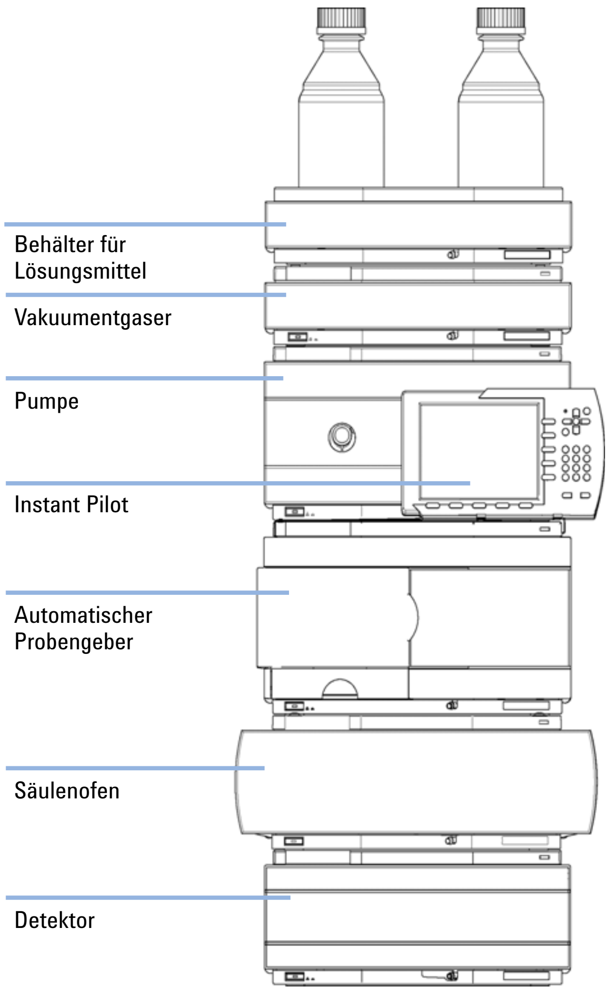


Abbildung 18 Empfohlene Geräteanordnung für 1260 Infinity (Vorderansicht)

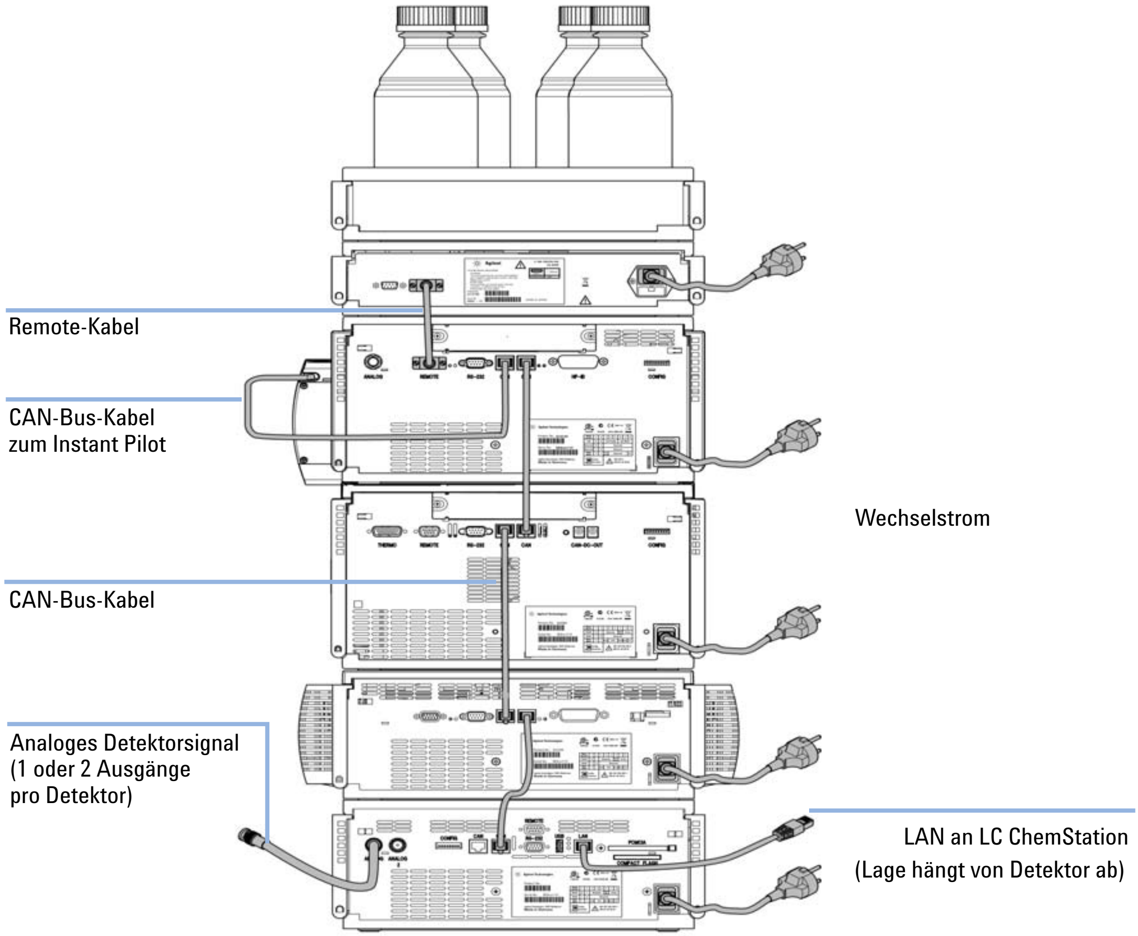


Abbildung 19 Empfohlene Geräteanordnung für 1260 Infinity (Rückansicht)

Konfiguration mit zwei Türmen

Damit der Turm nicht zu hoch wird, wenn die Thermostateinheit des automatischen Probengebers zum System hinzugefügt wird, sollten zwei Türme gebildet werden. Einige Benutzer bevorzugen die niedrigere Höhe dieser Anordnung auch ohne Thermostateinheit des automatischen Probengebers. Es wird eine etwas längere Kapillare zwischen der Pumpe und dem automatischen Probengeber benötigt. (Siehe Abbildung 20 auf Seite 57 und Abbildung 21 auf Seite 58).

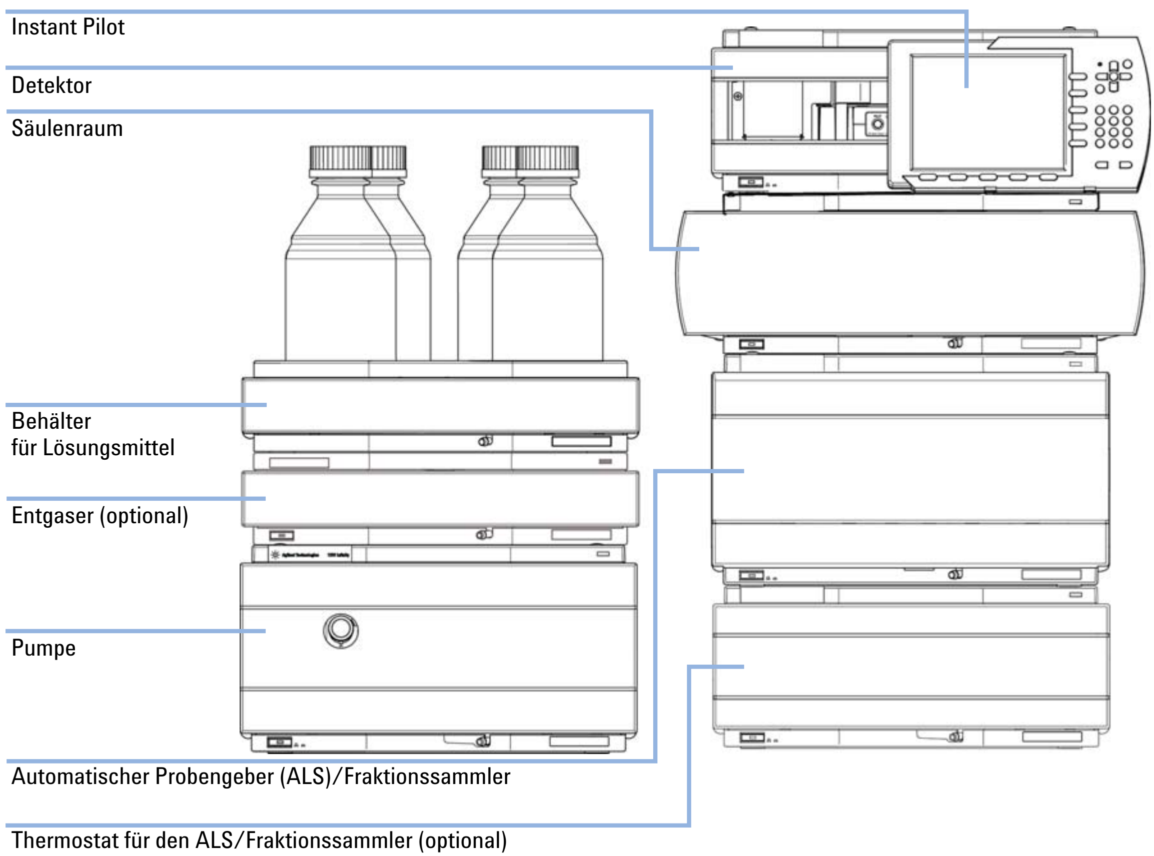


Abbildung 20 Empfohlene Geräteanordnung für 1260 Infinity mit zwei Türmen (Vorderansicht)

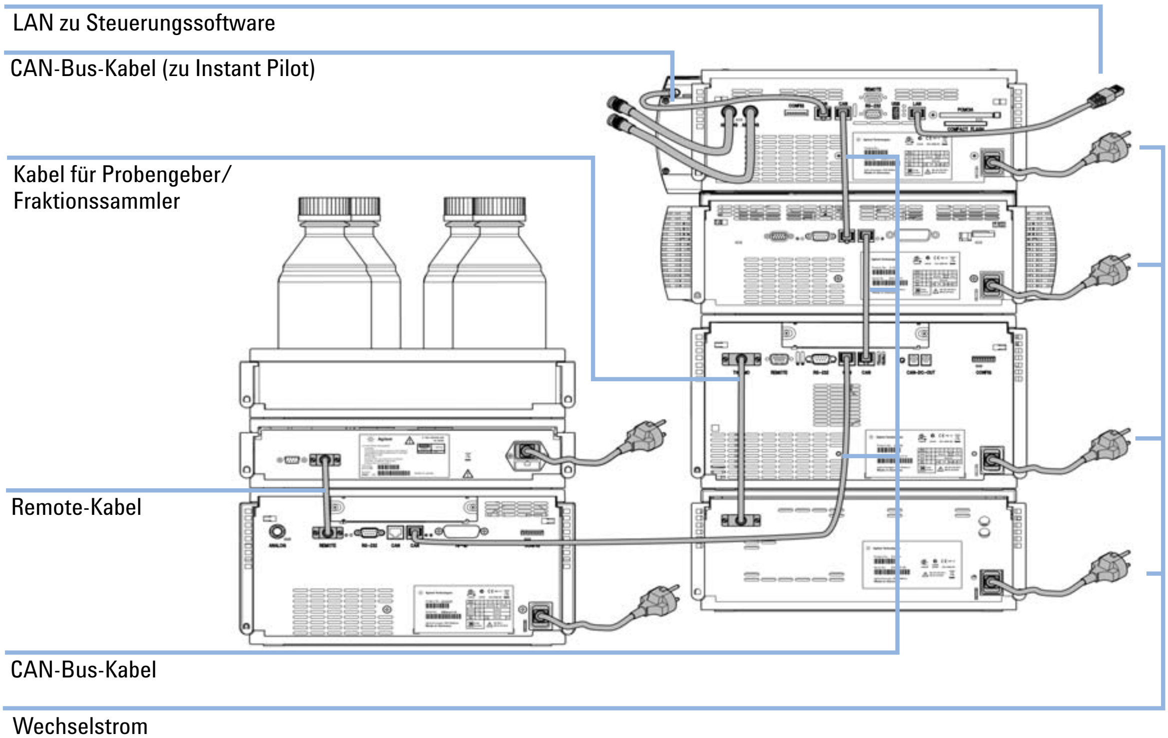


Abbildung 21 Empfohlene Geräteanordnung für 1260 Infinity mit zwei Türmen (Rückansicht)

Installationsinformationen zur Handhabung von Leckagen und Abfall

Die Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity sind für sichere Leckagedetektion und Abfallentsorgung konstruiert. Es ist wichtig, dass alle Sicherheitskonzepte klar sind und die Anweisungen sorgfältig befolgt werden.

WARNUNG

Giftige, entzündliche und gesundheitsgefährliche Lösungsmittel, Proben und Reagenzien

Der Umgang mit Lösungsmitteln, Proben und Reagenzien kann Gesundheits- und Sicherheitsrisiken bergen.

- → Beachten Sie bei der Handhabung dieser Substanzen die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. durch Tragen von Schutzbrille, Handschuhen und Schutzkleidung), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, und befolgen Sie eine gute Laborpraxis.
- → Das Volumen an Substanzen sollte auf das für die Analyse erforderliche Minimum reduziert werden.
- → Das maximal zulässige Volumen der Lösungsmittel (6 L) in der Lösungsmittelwanne darf niemals überschritten werden.
- → Verwenden Sie keine Flaschen, die das maximal zulässige Volumen, wie es im Benutzerhandbuch für Lösungsmittelwannen für Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity angegeben ist, überschreiten.
- → Ordnen Sie die Flaschen so an, wie es im Benutzerhandbuch für die jeweilige Lösungsmittelwanne angegeben ist.
- → Das Benutzerhandbuch ist in gedruckter Form im Lieferumfang der Lösungsmittelwanne enthalten, elektronische Kopien stehen im Internet zur Verfügung.

HINWEIS

Empfehlungen für die Lösungsmittelwanne

Einzelheiten finden Sie im Benutzerhandbuch der Lösungsmittelwannen für die Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity.

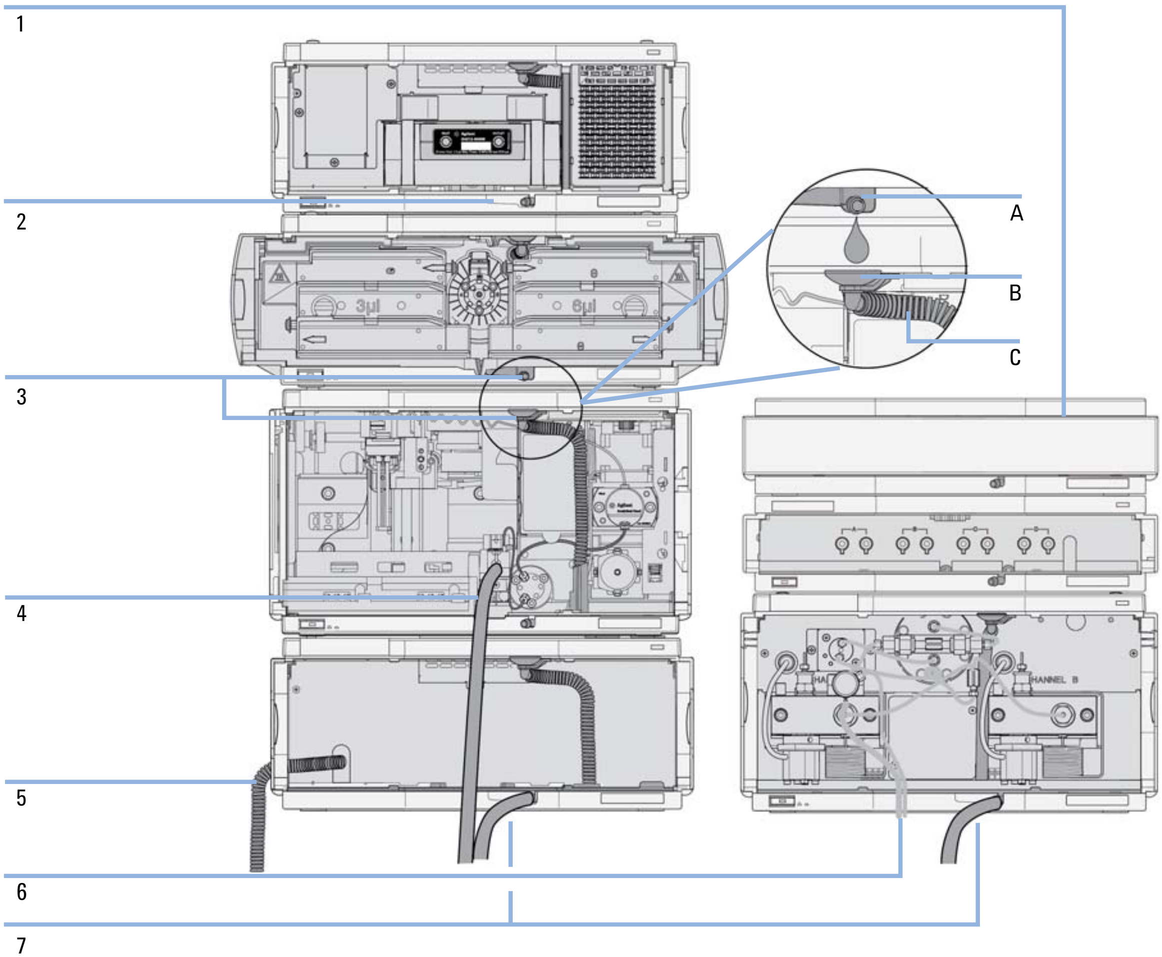


Abbildung 22 Handhabung von Leckagen und Abfall (Überblick - Das Beispiel zeigt eine typische Geräteanordnung)

1	Lösungsmittelwanne
2	Lecküberlauf
3	Auslass des Lecküberlaufs (A), Leckagetrichter (B) und gewellter Abflussschlauch (C)
4	Abflussschlauch der Nadelreinigung des Probengebers
5	Kondenswasserabfluss des gekühlten Probengebers
6	Abfallschlauch des Spülventils
7	Abfallleitung

1 Ordnen Sie die Module entsprechend in einem Geräteturm an.

   Der Auslass des Lecküberlaufs des oberen Moduls muss sich senkrecht über der Flüssigkeitssammelschale des Moduls darunter befinden (siehe Abbildung 22 auf Seite 60).

2 Schließen Sie die Daten- und Netzkabel an die Module an (beachten Sie hierzu den nachstehenden Abschnitt *Installation des Moduls*).

3 Schließen Sie die Kapillarleitungen und Schläuche an die Module an (beachten Sie hierzu den nachstehenden Abschnitt *Flussleitungen zum Modul* oder das entsprechende Systemhandbuch).

WARNUNG

Giftige, entzündliche und gesundheitsgefährliche Lösungsmittel, Proben und Reagenzien

→ Der Lösungsmittelflussweg muss von Blockaden frei gehalten werden.

→ Lassen Sie den Flussweg geschlossen (falls die Pumpe in dem System mit einem passiven Einlassventil ausgestattet ist, könnte es sonst aufgrund des hydrostatischen Drucks auch bei ausgeschaltetem Gerät zum Austritt von Lösungsmittel kommen).

→ Vermeiden Sie Schleifen.

→ Die Schläuche dürfen nicht durchhängen

→ und nicht gebogen werden.

→ Tauchen Sie das Schlauchende nicht in Abfallflüssigkeit ein.

→ Stecken Sie keine Schläuche ineinander.

→ Hinweise zum korrekten Anschließen von Schläuchen und Leitungen finden Sie auf dem am Modul angebrachten Schild.



Abbildung 23 Warnschild (Darstellung der korrekten Anordnung der Abfallleitung)

Installation des Moduls

Erforderliche Teile	Beschreibung
	Netzkabel

Weitere Kabel siehe “Kabelübersicht” auf Seite 212.

Erforderliche Software Agilent Datensystem und/oder Instant Pilot G4208A.

Vorbereitungen
Räumen Sie den Aufstellplatz frei.
Sorgen Sie für die Stromversorgung.
Packen Sie den Detektor aus.

WARNUNG

Auch im ausgeschalteten Zustand fließt im Modul Strom, solange das Netzkabel eingesteckt ist.

Die Durchführung von Reparaturen am Modul kann zu Personenschäden wie z. B. Stromschlag führen, wenn das Gehäuse geöffnet wird, während das Modul an die Netzspannung angeschlossen ist.

→ Stellen Sie daher immer einen freien Zugang zum Netzstecker sicher.

→ Trennen Sie das Netzkabel vom Gerät, bevor Sie das Gehäuse öffnen.

→ Schließen Sie das Netzkabel keinesfalls an das Gerät an, solange die Abdeckungen nicht wieder aufgesetzt worden sind.

1 Installieren Sie die LAN-Schnittstellenkarte im Detektor (falls erforderlich), siehe “Austausch der Schnittstellenkarte” auf Seite 201.
2 Stellen Sie den Detektor in horizontaler Lage im Geräteturm oder auf einem Labortisch bereit.

3 Stellen Sie sicher, dass der Netzschalter an der Vorderseite auf AUS steht.

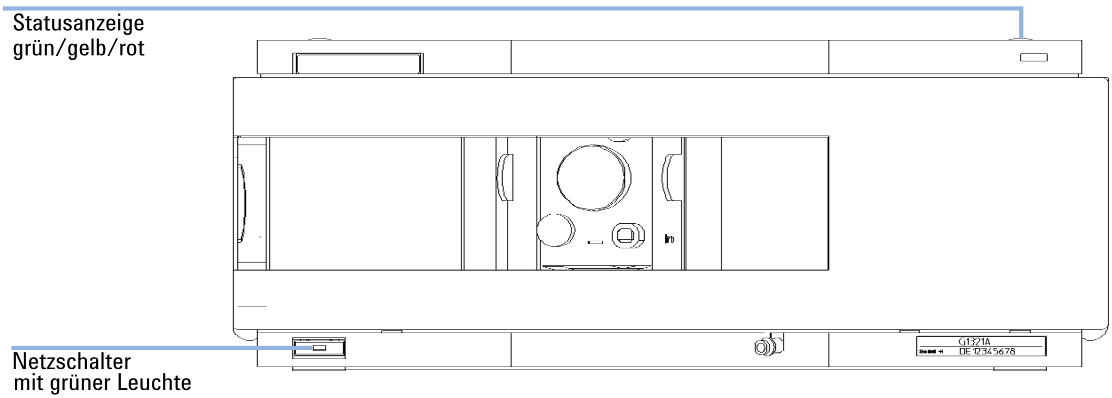


Abbildung 24 Vorderansicht des Detektors

4 Stecken Sie das Netzkabel in die Netzbuchse an der Rückseite des Detektors.

5 Schließen Sie das CAN-Kabel an die anderen Module an.

6 Wenn Agilent ChemStation die Steuereinheit ist, schließen Sie das LAN-Kabel an die LAN-Schnittstellenkarte des Detektors an.

HINWEIS Der Detektor (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) ist der bevorzugte Zugangspunkt für die Steuerung über LAN (aufgrund der höheren Datenlast).

7 Schließen Sie die Analogkabel an (optional).

8 Schließen Sie das APG-Remote-Kabel (optional) bei Geräten von anderen Herstellern an.

9 Drücken Sie den Netzschalter links unten, um den Detektor einzuschalten. Die Status-LED sollte grün leuchten.

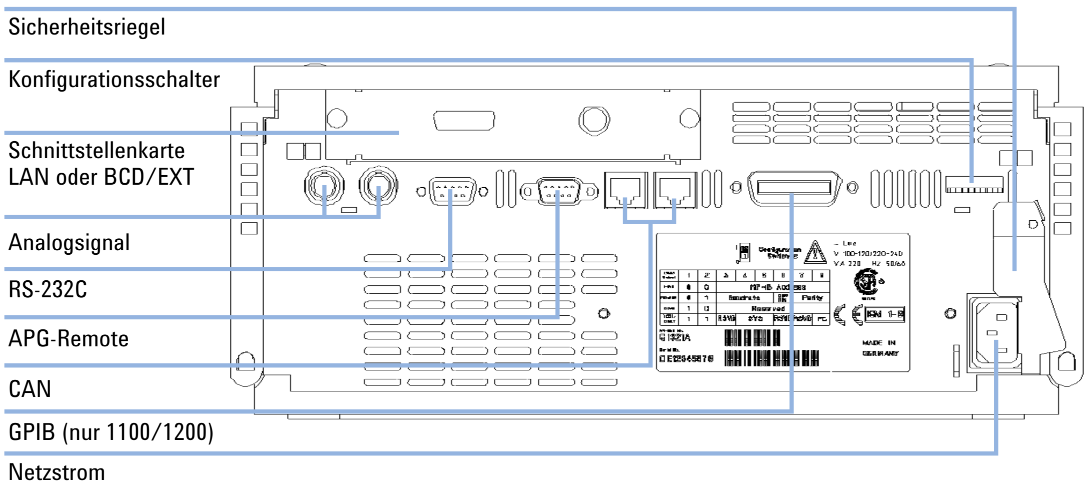


Abbildung 25 Rückansicht des Detektors

HINWEIS Der Detektor ist eingeschaltet, wenn der Netzschalter in gedrückter Position ist und die grüne Lampe leuchtet. Der Detektor ist ausgeschaltet, wenn der Netzschalter hervorragt und das grüne Licht aus ist.

HINWEIS Bei Auslieferung ist der Detektor auf die Standardkonfiguration eingestellt.

HINWEIS Mit Einführung der Module der Serie 1260 Infinity wurde die GBIP-Schnittstelle entfernt.

Flussleitungen zum Modul

BIO inert — Verwenden Sie für bioinerte Module ausschließlich bioinerte Teile!

Erforderliche Werkzeuge	Beschreibung
	Gabelschlüssel, 1/4 - 5/16 inch (für Kapillarenverbindungen)

Erforderliche Teile	Best.-Nr.	Beschreibung
	G1321-68755	Zubehörkit

Vorbereitungen Detektor ist im LC-System eingebaut.

WARNUNG

Giftige, entzündliche und gesundheitsgefährliche Lösungsmittel, Proben und Reagenzien

Der Umgang mit Lösungsmitteln, Proben und Reagenzien kann Gesundheits- und Sicherheitsrisiken bergen.

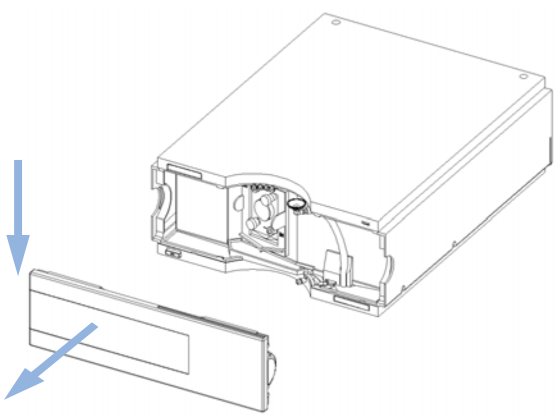
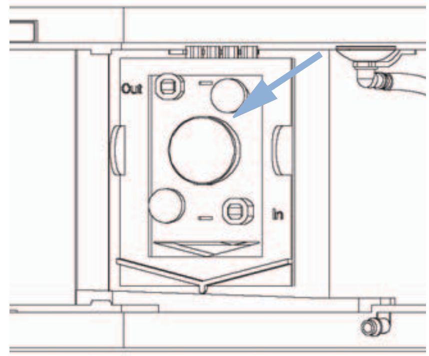
→ Beachten Sie bei der Handhabung dieser Substanzen die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. durch Tragen von Schutzbrille, Handschuhen und Schutzkleidung), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, und befolgen Sie eine gute Laborpraxis.

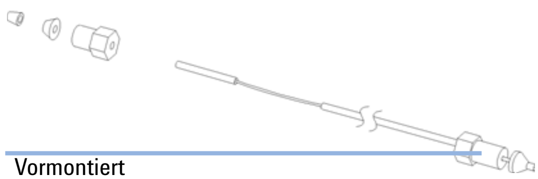
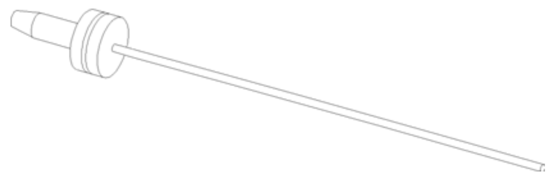
→ Das Volumen an Substanzen sollte auf das für die Analyse erforderliche Minimum reduziert werden.

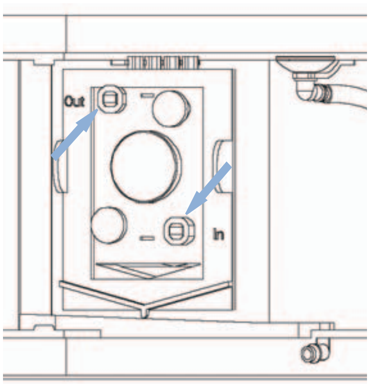
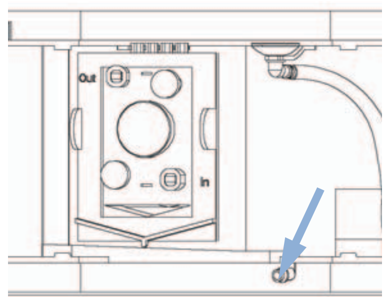
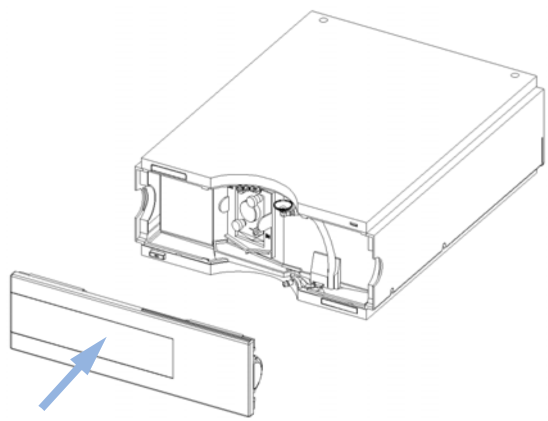
→ Das Gerät darf nicht in einer explosionsgefährdeten Umgebung betrieben werden.

HINWEIS

Bei der Lieferung ist die Durchflusszelle mit Isopropanol gefüllt. Zum Versand wird diese Befüllung generell empfohlen. Damit wird Glasbruch bei extrem kalten Bedingungen vermieden.

1 Drücken Sie die Schnappverschlüsse und nehmen Sie die Frontplatte ab, um an den Bereich der Durchflusszelle zu gelangen. 	**2** Identifizieren Sie die Durchflusszelle. 

3 Montieren Sie die Kapillare zur Verbindung von Säule und Detektor aus dem Zubehör-Kit. Eine Seite ist werkseitig vormontiert. 	**4** Bauen Sie die Abflussleitung aus dem Zubehör-Kit zusammen.  **HINWEIS** Der Fluoreszenzdetektor ist in einer Modulkette als letztes Modul anzuordnen. Ein weiterer Detektor sollte zur Vermeidung eines Überdrucks in der Quarzzelle vor dem Fluoreszenzdetektor angeordnet werden (max. 20 bar). Im Falle der Anordnung eines Detektors hinter dem FLD (auf eigene Gefahr) ist zunächst der Gegendruck dieses Detektors folgendermaßen zu ermitteln: - Entfernen Sie die Säule und den letzten Detektor und ermitteln Sie den Systemdruck bei der Flussrate Ihrer Applikation. - Schließen Sie den letzten Detektor ohne Säule und FLD wieder an und ermitteln Sie nun diesen Systemdruck. - Die Differenz der gemessenen Drücke ist eine Folge des Gegendrucks des letzten Detektors und ist der Druck, der am FLD anliegt.

5 Setzen Sie die Durchflusszelle ein und schließen Sie die Kapillaren daran an, wobei oben der Auslass und unten der Einlass ist. 	**6** Schließen Sie den Abflussschlauch an der Verschraubung unten an. 
7 Schalten Sie den Eluentenfluss ein und achten Sie auf Leckagen.	**8** Setzen Sie die Frontplatte wieder ein. 

Die Installation des Detektors ist nun abgeschlossen.

HINWEIS Der Detektor sollte nur mit angebrachter Frontplatte betrieben werden, um den Bereich der Durchflusszelle vor starker Zugluft zu schützen.

4
Verwendung des Fluoreszenzdetektors

Dieses Kapitel unterstützt Sie bei Ihren ersten Messungen.

Handhabung von Leckagen und Abfall

WARNUNG

Giftige, entzündliche und gesundheitsgefährliche Lösungsmittel, Proben und Reagenzien

Der Umgang mit Lösungsmitteln, Proben und Reagenzien kann Gesundheits- und Sicherheitsrisiken bergen.

→ Beachten Sie bei der Handhabung dieser Substanzen die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. durch Tragen von Schutzbrille, Handschuhen und Schutzkleidung), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, und befolgen Sie eine gute Laborpraxis.

→ Das Volumen an Substanzen sollte auf das für die Analyse erforderliche Minimum reduziert werden.

→ Das Gerät darf nicht in einer explosionsgefährdeten Umgebung betrieben werden.

→ Das maximal zulässige Volumen der Lösungsmittel (6 L) in der Lösungsmittelwanne darf niemals überschritten werden.

→ Verwenden Sie keine Flaschen, die das maximal zulässige Volumen, wie es im Benutzerhandbuch für Lösungsmittelwannen für Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity angegeben ist, überschreiten.

→ Ordnen Sie die Flaschen so an, wie es im Benutzerhandbuch für die jeweilige Lösungsmittelwanne angegeben ist.

→ Das Benutzerhandbuch ist in gedruckter Form im Lieferumfang der Lösungsmittelwanne enthalten, elektronische Kopien stehen im Internet zur Verfügung.

→ Das freie Restvolumen im jeweiligen Abfallbehälter muss groß genug sein, um den Flüssigkeitsabfall aufnehmen zu können.

→ Überprüfen Sie regelmäßig den Füllstand des Abfallbehälters.

→ Für maximale Sicherheit überprüfen Sie regelmäßig die korrekte Installation.

HINWEIS

Empfehlungen für die Lösungsmittelwanne

Einzelheiten finden Sie im Benutzerhandbuch der Lösungsmittelwannen für die Agilent Geräte der Serie 1200 Infinity.

Details zur korrekten Installation finden Sie in “Installationsinformationen zur Handhabung von Leckagen und Abfall” auf Seite 59.

Bevor Sie anfangen

Die üblichen LC-reinen Lösungsmittel liefern normalerweise gute Ergebnisse. Die Erfahrung zeigt aber auch, dass das Basislinienrauschen höher sein kann (kleineres Signal/Rausch-Verhältnis), wenn im Lösungsmittel Verunreinigungen enthalten sind.

Spülen Sie Ihr Pumpensystem für mindestens 15 Minuten, bevor Sie die Empfindlichkeit überprüfen. Falls Ihre Pumpe über mehrere Kanäle verfügt, sollten auch die nicht genutzten gespült werden.

Spezifikationen finden Sie unter “Optimierung des Detektors” auf Seite 115.

HINWEIS Einige der in diesem Kapitel beschriebenen Funktionen (z. B. Spektrenerfassung, Multiwellenlängendetektion) stehen am G1321C FLD nicht zur Verfügung.

Start und Überprüfung

In diesem Kapitel wird die Überprüfung des Agilent Fluoreszenzdetektors 1260 Infinity mit Hilfe der isokratischen Testprobe von Agilent beschrieben.

Starten des Detektors

Wann erforderlich Wenn Sie Ihren Detektor überprüfen wollen

Erforderliche Teile

Anzahl	Best.-Nr.	Beschreibung
1	5063-6528	Start-Kit, einschließlich
1		Nachstehend aufgeführte LC-Säule und Zubehör
1	01080-68704	Agilent isokratische Testprobe Die 0,5 mLAmpulle enthält 0,15 wt.% Dimethylphthalat, 0,15 wt.% Diethylphthalat, 0,01 wt.% Biphenyl, 0,03 wt.% o-Terphenyl in Methanol.
1	0100-1516	PEEK Verschraubung, männlich, 2 St./Pck.
1	5021-1817	Kapillare ST 0,17 mm x 150 mm

Erforderliche Hardware LC-System mit FLD

1 Schalten Sie den Detektor ein.
2 Schalten Sie die Lampe ein.

   Beim ersten Einschalten der Lampe führt das Gerät einige interne Tests sowie einen Kalibriertest durch, die ca. 5 Minuten dauern.
3 Nun können Sie die Einstellungen Ihres Detektors anpassen.

Festlegen der chromatographischen Bedingungen

1 Konfigurieren Sie das System mit den folgenden chromatographischen Bedingungen und warten Sie, bis sich die Basislinie stabilisiert hat.

Tabelle 8 Chromatographische Bedingungen

Mobile Phasen	A = Wasser = 35 % B = Acetonitril = 65 %
Säule	OSD-Hypersil-Säule, 125 mm x 4 mm ID mit 5 µm Korngröße
Probe	Isokratische Standardprobe, 1:10 in Methanol verdünnt
Durchflussrate	1,5 ml/min
Kompressibilität A (Wasser)	46
Kompressibilität B (Acetonitril)	115
Hub A und B	Automatisch
Stoppzeit	4 min
Injektionsvolumen	5 µl
Ofentemperatur (1200)	30 °C
FLD-Anregungs-/Emissionswellenlänge	EX = 246 nm, EM = 317 nm
FLD PMT Gain	PMT = 10
FLD-Ansprechzeit	4 s

2 Stellen Sie die Sollwerte im FLD gemäß Abbildung 26 auf Seite 77 ein.

In diesem Beispiel werden zusätzliche Anregungswellenlängen (B, C, D) verwendet. Dies führt zu einer Erhöhung der Scanzeit und ggf. zu einer Verringerung der Leistung.

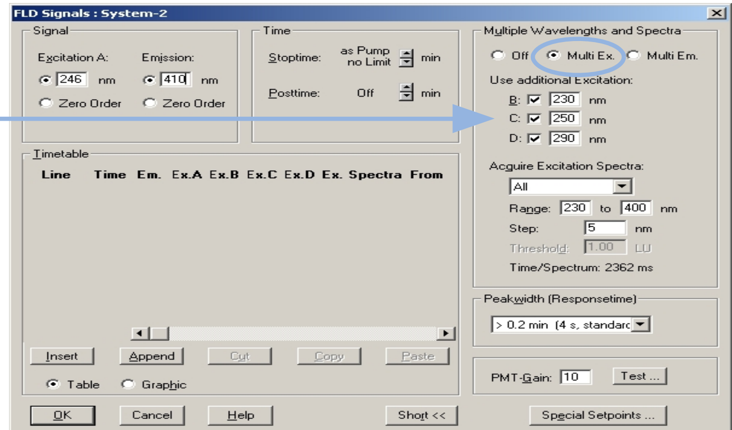


Abbildung 26 FLD-Parameter

3 Starten Sie den Lauf.

Die resultierenden Chromatogramme sind unten dargestellt:

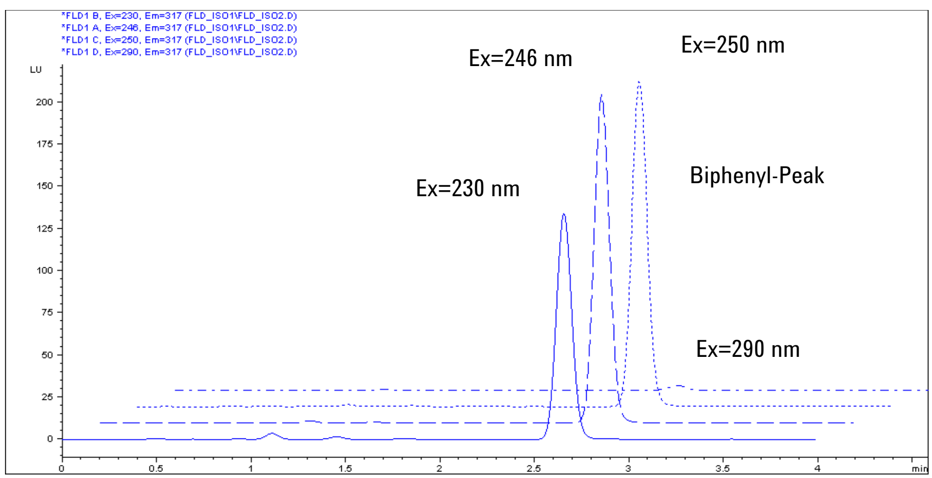


Abbildung 27 Biphenyl-Peak mit verschiedenen Anregungswellenlängen

Die Anregungsmaxima liegen bei ca. 250 nm.

Bestimmung der Maxima im Isoabsorptions-Plot

1 Laden Sie die Datei (λ_{EX} = 246 nm, λ_{EM} = 317 nm) und öffnen Sie den Isoabsorptions-Plot.

2 Das Maximum λ_{EX} liegt bei ca. 250 nm.

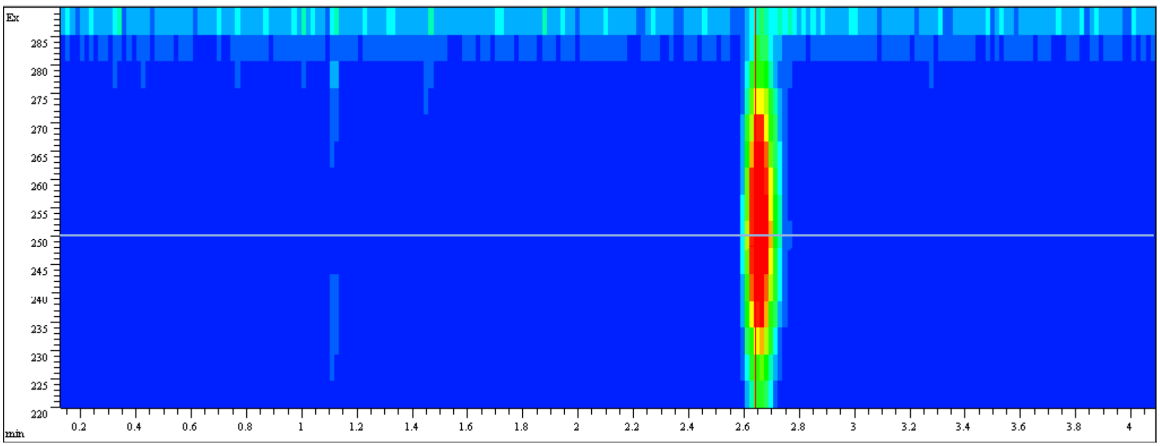


Abbildung 28 Isoabsorptions-Plot

Methodenentwicklung

Fluoreszenzdetektoren werden in der Flüssigkeitschromatographie für niedrige Nachweisgrenzen bei hoher Selektivität eingesetzt. Eine gute Methodenentwicklung samt Spektrenerfassung ist grundlegend, um optimale Ergebnisse zu erhalten. In diesem Kapitel werden drei Stufen der Methodenentwicklung mit dem Agilent Fluoreszenzdetektor beschrieben. Tabelle 9 auf Seite 79 bietet eine Übersicht der Vorteile der verschiedenen Betriebsarten in diesen Stufen.

Tabelle 9 Stufen einer sorgfältigen Methodenentwicklung

	Schritt 1: Überprüfung des Systems	**Schritt 2: Optimieren der Nachweisgrenzen und der Selektivität**	**Schritt 3: Erstellen von Routinemethoden**
Fluoreszenzscan	Identifizieren von Verunreinigungen, z. B. in Lösungsmitteln und Reagenzien	Bestimmen der Anregungs- und Emissionsspektren einer reinen Substanz	
Signalmodus		Durchführung der Wellenlängenumschaltung	Zum Erreichen niedrigster Nachweisgrenzen verwenden
Spektralmodus-/Multiwelle nlängen-Detektion		Bestimmen der Ex/Em-Spektren für alle getrennten Substanzen Bis zu vier Wellenlängen gleichzeitig aktivieren	Erfassen von Online-Spektren, Bibliothekssuche, Bestimmung der Peakreinheit Deaktivieren der Wellenlängenumschaltung

Schritt 1: Überprüfen des LC-Systems auf Verunreinigungen

Besonders wichtig in der Spurenanalytik mit Fluoreszenzdetektion ist die völlige Abwesenheit fluoreszierender Verunreinigungen. Meistens stammen solche Verunreinigungen aus unreinen Lösungsmitteln. Die Aufnahme eines Fluoreszenzscans erlaubt eine einfache Qualitätsüberprüfung in wenigen Minuten. Dies ist beispielsweise möglich, indem Sie die Küvette des FLD mit Lösungsmittel direkt befüllen und eine Offline-Messung, auch vor dem Start eines Analysenlaufs, durchführen. Das Ergebnis kann als Isofluoreszenz-Plot oder 3D-Plot dargestellt werden. Verschiedene Intensitäten sind durch unterschiedliche Farben markiert.

Abbildung 29 auf Seite 80 zeigt eine Probe gering verunreinigten Wassers, das als mobile Phase dienen sollte. Der Bereich, in dem die Fluoreszenz des verunreinigten Wassers auftritt, liegt zwischen folgenden Streulichtbereichen: der Raleigh-Streuung erster und zweiter Ordnung und der Raman-Streuung.

In der Durchflusszelle befindet sich eine Reinwasserprobe. Die Spektren wurden in Schritten von 5 nm aufgenommen.

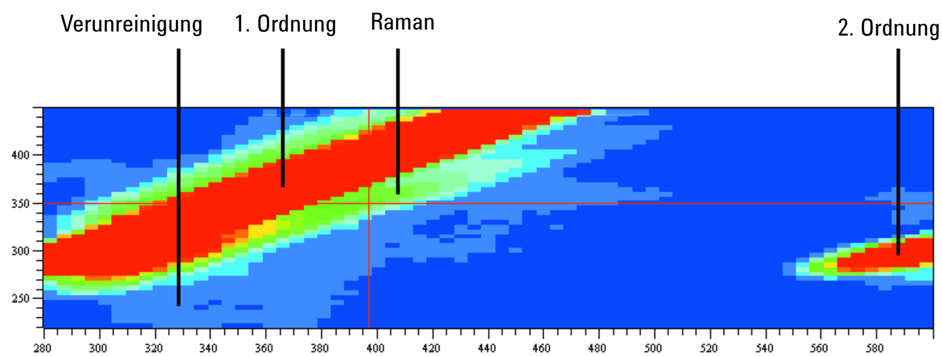


Abbildung 29 Isofluoreszenz-Plot einer mobilen Phase

Die Wellenlängen für „Anregung“ und „Emission“ haben dieselbe Wirkung auf die Raleigh-Streuung. Der Bereich der Raleigh-Streuung erster Ordnung ist im linken oberen Bereich des Diagramms sichtbar. Die Raman-Banden von Wasser liegen unterhalb der Raleigh-Streuung erster Ordnung. Da der Sperrfilter das Licht unterhalb von 280 nm ausblendet, beginnt die Raleigh-Streuung zweiter Ordnung oberhalb von 560 nm.

Streulicht trägt ebenso wie etwaige Verunreinigungen zum Hintergrundrauschen bei. In beiden Fällen führt die höhere Rauschintensität zu höheren Nachweisgrenzen. Daher werden hochempfindliche Messungen am besten bei Wellenlängen durchgeführt, die kein Streulicht generieren.

Schritt 2: Optimieren der Nachweisgrenzen und der Selektivität

Die optimale Nachweisgrenze und Selektivität kann durch die Bestimmung der Fluoreszenzeigenschaften der Substanzen von Interesse ermittelt werden. Optimale Nachweisgrenzen und Selektivität werden durch die geeignete Wahl von Anregungs- und Emissionswellenlängen erreicht. Dabei gilt, dass die Fluoreszenzspektren von verschiedenen Messgeräten je nach eingesetzter Hard- und Software erhebliche Abweichungen voneinander aufweisen können.

Üblicherweise wird eine Anregungswellenlänge aus dem UV-Spektrum abgeleitet, das dem Anregungsspektrum der Fluoreszenz ähnelt (siehe Abbildung 30 auf Seite 81). Das Emissionsspektrum wurde aufgenommen. Nach Ermittlung einer optimalen Emissionswellenlänge wurde dann das tatsächliche Anregungsspektrum gemessen.

Anregungsspektrum mit Emission bei 440 nm, Emissionsspektrum mit Anregung bei 250 nm von 1 µg/ml Quinidin. Detektoreinstellungen: Schrittweite 5 nm, PMT 12, Ansprechzeit 4 s.

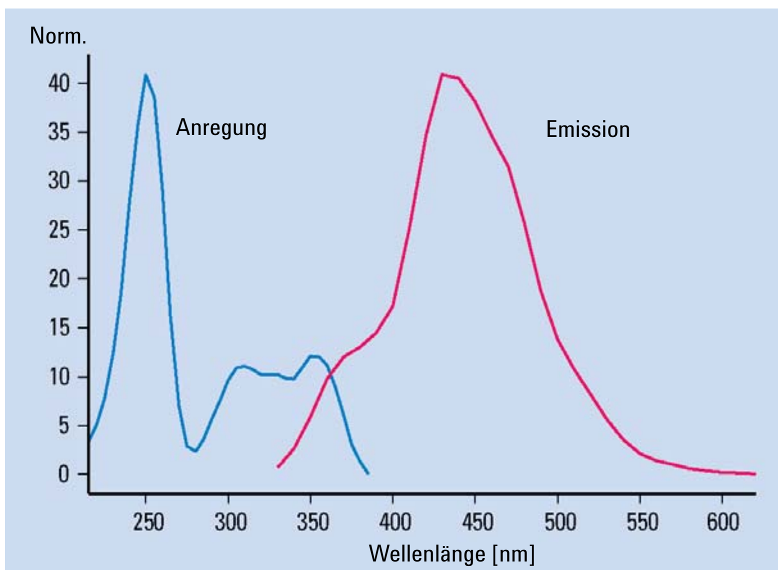


Abbildung 30 Anregungs- und Emissionsspektren von Quinidin

Diese Schritte müssen für jede Substanz mit einem Fluoreszenzspektrometer oder unter Stop-Flow-Bedingungen per LC wiederholt werden. Dabei ist für jede Substanz normalerweise ein eigener Lauf erforderlich. Als Ergebnis erhalten Sie für jede Substanz einen Satz Anregungs- und Emissionsspektren (Abbildung 29 auf Seite 80). Da dieses Verfahren sehr zeitaufwendig ist, kann es nur bei einer beschränkten Zahl von Substanzen angewendet werden.

Das Agilent LC-System der Serie 1200 Infinity bietet drei verschiedene Verfahren zur Ermittlung vollständiger Fluoreszenzdaten für eine Substanz:

Verfahren I: Führen Sie für eine einzelne Substanz einen Fluoreszenzscan offline so durch, wie es für die mobile Phase weiter oben beschrieben wurde. Dies geschieht am besten mit einer manuellen FLD-Küvette, wenn reine Substanzen zur Verfügung stehen.

Verfahren II: Führen Sie zwei LC-Läufe mit dem Agilent Fluoreszenzdetektor der Serie 1260 Infinity durch, um das Substanzgemisch unter bekannten Bedingungen zu trennen und separate Emissions- und Anregungsspektren aufzunehmen.

Verfahren III: Nutzen Sie eine Kombination aus Agilent FLD/DAD der Serie 1200 Infinity und nehmen Sie mit dem DAD in einem Lauf gleichzeitig UV/Vis-Spektren (äquivalent zu den Anregungsspektren) und mit dem FLD Emissionsspektren auf.

Verfahren I - Führen Sie einen Fluoreszenzscan durch.

Da mit früheren LC-Fluoreszenzdetektoren Fluoreszenzspektren nicht leicht zu erfassen waren, wurden Fluoreszenzspektralphotometer zur Ermittlung der Spektraldaten von unbekannten Substanzen eingesetzt. Mit diesem Ansatz ist die Optimierung beschränkt, weil verschiedene optische Systeme und sogar ähnliche Detektoren unterschiedliche Ergebnisse liefern. Diese Unterschiede können dann zu abweichenden optimalen Anregungs- und Emissionswellenlängen führen.

Der Agilent Fluoreszenzdetektor der Serie 1260 Infinity bietet die Möglichkeit eines Fluoreszenzscans, der sämtliche Spektralinformationen liefert, die früher mit einem Standard-Fluoreszenzspektralphotometer ermittelt wurden, und zwar unabhängig vom LC-Fluoreszenzdetektor. Abbildung 31 auf Seite 84 zeigt die vollständigen Daten für Quinidin, die mit dem Agilent Fluoreszenzdetektor der Serie 1260 Infinity und einer manuellen Küvette in einer einzigen Offline-Messung ermittelt wurden. Die optimalen Anregungs- und Emissionswellenlängen können den Koordinaten der Maxima in der dreidimensionalen

Darstellung entnommen werden. Eines der drei Maxima im Zentrum der Darstellung kann zur Definition der Anregungswellenlänge gewählt werden. Die Wahl hängt auch von den weiteren chromatographisch zu bestimmenden Substanzen sowie dem möglicherweise unterschiedlichen Hintergrundrauschen bei 250 nm, 315 nm bzw. 350 nm ab. Die maximale Emission wird bei 440 nm beobachtet.

Hinweise zu Abbildung 31 auf Seite 84:

Alle Anregungs- und Emissionsspektren von Quinidin (1 µg/ml) werden in der Abbildung dargestellt. Die Fluoreszenzintensität wird in die Ebene aus Anregungs- und Emissionswellenlänge eingezeichnet.

Detektoreinstellungen: Schrittweite 5 nm, PMT 12 , Ansprechzeit 4 s.

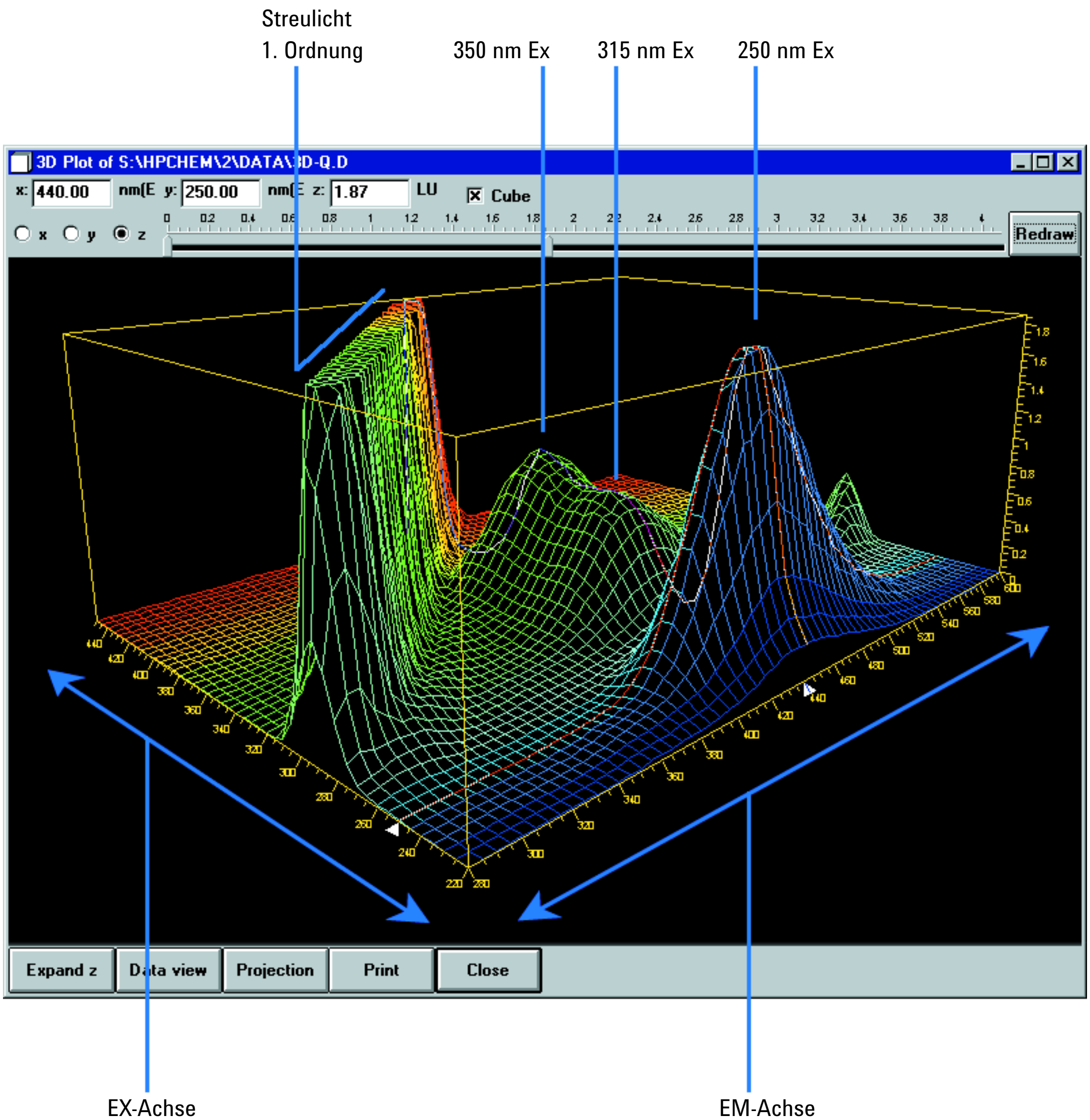


Abbildung 31 Charakterisierung einer reinen Substanz mit einem Fluoreszenzscan

Verfahren II - Führen Sie zwei LC-Analysen mit dem FLD durch.

Die Bedingungen zur Trennung organischer Substanzen wie z. B. polyaromatischer Kohlenwasserstoffe (PAKs) sind in verschiedenen Standardmethoden, etwa den häufig eingesetzten Methoden nach EPA und DIN, hinreichend beschrieben. Das Erzielen der besten Nachweisgrenzen erfordert die Suche nach den optimalen Anregungs- und Emissionswellenlängen für alle Substanzen. Die einzelne Durchführung der Fluoreszenzscans ist aufwendig. Weitaus besser ist die Online-Aufnahme der Spektren für alle Komponenten während eines Analysenlaufs. Gleichzeitig wird die Methodenentwicklung erheblich beschleunigt. Dabei reichen zwei Analysenläufe zur Optimierung aus.

Im *ersten Lauf* wird eine Wellenlänge im unteren UV-Bereich als Anregungswellenlänge und eine Emissionswellenlänge im Spektralbereich des Emissionsspektrums gewählt. Die meisten Fluorophoren zeigen bei diesen Wellenlängen eine starke Absorption und eine hohe Quantenausbeute. Die Anregung ist zur Aufnahme der Emissionsspektren ausreichend.

Tabelle auf Seite 87 zeigt alle Emissionsspektren, die in einem einzigen Lauf mit einer Mischung von 15 PAKs aufgenommen wurden. Dieser Spektrensatz wird zur Erstellung einer Zeittabelle mit den optimalen Emissionsspektren aller Substanzen genutzt.

Die Einzelspektren aller Substanzen im Isofluoreszenz-Plot zeigen, dass mindestens drei Emissionswellenlängen zur richtigen Detektion aller 15 PAKs benötigt werden:

Tabelle 10 Zeittabelle für PAK-Analyse

0 min:	350 nm	für Naphthalin bis Phenanthren
8,2 min:	420 nm	für Anthracen bis Benzo(g,h,i)perylen
19,0 min:	500 nm	für Indeno(1,2,3-c,d)pyren

Im zweiten Lauf werden drei Sollwerte für Emissionswellenlängen in das Zeitprogramm eingegeben und die Anregungsspektren werden aufgenommen, wie in Abbildung 33 auf Seite 88 gezeigt. Der Bereich hoher Intensität (rot) resultiert vom Streulicht bei Überlappung der Emissionsspektren mit der Anregungswellenlänge. Dies kann durch eine automatische Anpassung des Spektralbereichs verhindert werden. Eine Anregung bei 260 nm ist für alle PAKs am besten geeignet.

Tabelle 11 Bedingungen für die Optimierung der PAK-Analyse gemäß den folgenden Abbildungen

Säule	Vydac, 2.1 x 200 mm, PAK, 5 µm
Mobile Phase	A = Wasser; B = Acetonitril (50: 50)
Gradient	3 Minuten, 60% 14 Minuten, 90% 22 Minuten, 100%
Durchflussrate	0,4 ml/min
Säulentemperatur	18 °C
Injektionsvolumen	5 µl
FLD-Einstellungen	PMT 12, Ansprechzeit 4 s, Schrittweite 5 nm

Hier ist der Isofluoreszenz-Plot von Emissionsspektren für 15 PAKs (5 µg/ml) mit einer festen Anregungswellenlänge (260 nm) gezeigt.

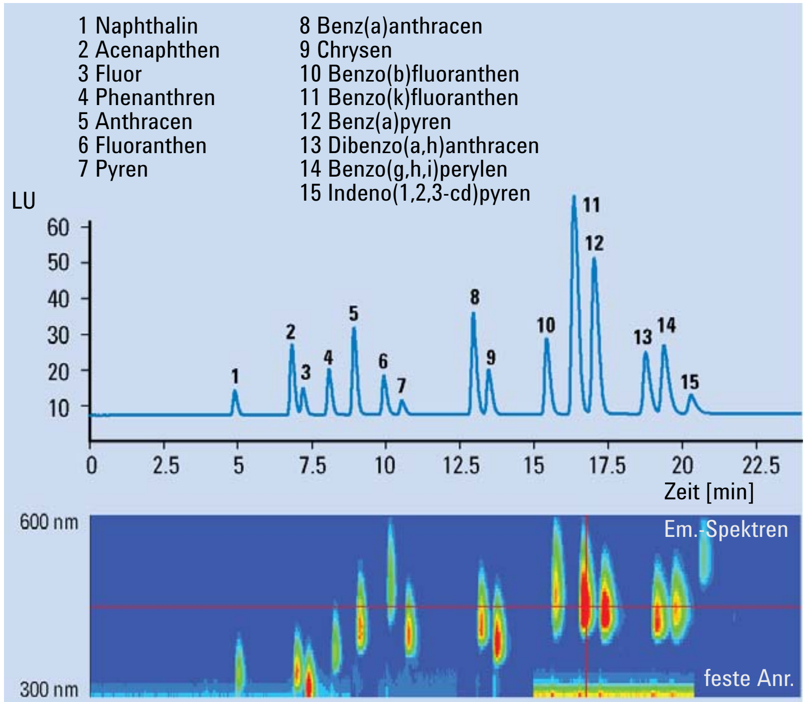


Abbildung 32 Optimierung des Zeitprogramms für die Emissionswellenlänge

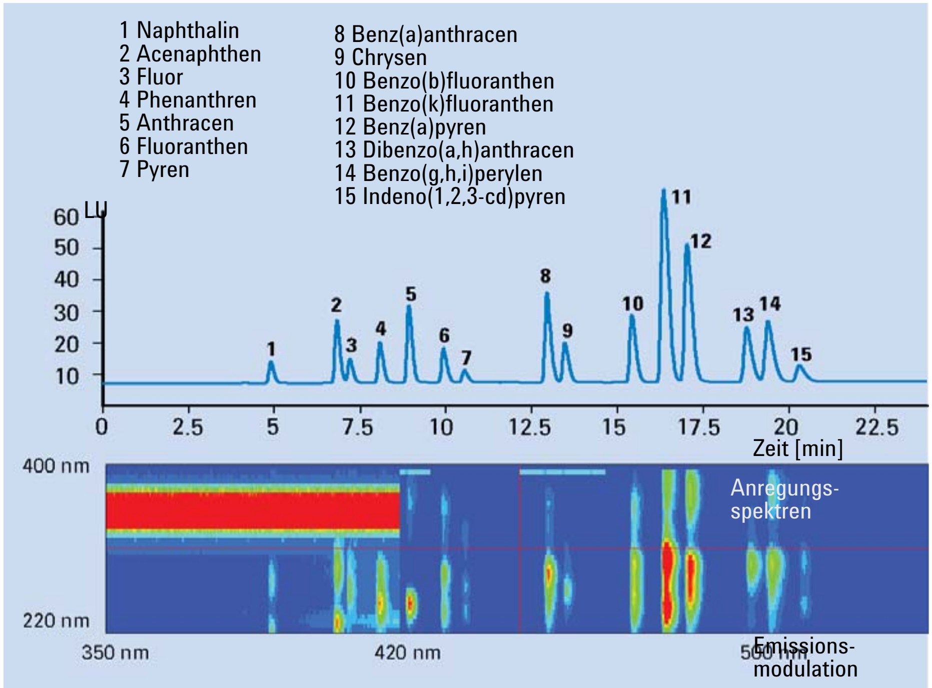


Abbildung 33 Optimierung des Zeitprogramms für die Anregungswellenlänge

Die ermittelten Spektren werden in einer Zeittabelle für die Anregungswellenlänge so kombiniert, dass sich die besten Nachweisgrenzen und die beste Selektivität ergeben. Die optimierten Umschaltpunkte für dieses Beispiel werden in Tabelle 12 auf Seite 88 zusammengefasst.

Tabelle 12 Zeittabelle für die Analyse von 15 polyaromatischen Kohlenwasserstoffen

Zeit [min]	Anregungswellenlänge [nm]	Emissionswellenlänge [nm]
0	260	350
8,2	260	420
19,0	260	500

Diese Zeittabelle fasst alle Bedingungen der optimalen Detektion aus den beiden chromatographischen Läufen zusammen.

Verfahren III - Führen Sie mit einer DAD/FLD-Kombination einen einzigen Lauf durch.

Bei vielen organischen Substanzen entsprechen die UV-Spektren eines Diodenarray-Detektors weitgehend den Anregungsspektren der Fluoreszenz. Unterschiede in den Spektren resultieren aus spezifischen Detektoreigenschaften, wie z. B. der spektralen Auflösung oder den Lichtquellen.

In der Praxis ermittelt die serielle Kombination aus Diodenarray- und Fluoreszenzdetektor in einem einzigen Lauf einen Datensatz zur Bestimmung optimaler Anregungs- und Emissionswellenlängen der Fluoreszenz für verschiedene Substanzen. Mit den UV/Vis- bzw. Anregungsspektren des Diodenarray-Detektors kann der Fluoreszenzdetektor zur Aufnahme von Emissionsspektren bei einer festen Anregungswellenlänge im unteren UV-Bereich eingestellt werden.

Das Beispiel stammt aus der Qualitätskontrolle von Carbamaten. Die Proben werden auf die Verunreinigungen 2,3-Diaminophenazin (DAP) und 2-Amino-3-Hydroxyphenazin (AHP) hin untersucht. Referenzproben von DAP und AHP werden mit Diodenarray- und Fluoreszenzdetektion untersucht. Tabelle auf Seite 90 zeigt die DAP-Spektren beider Detektoren. Das Anregungsspektrum von DAP ist ähnlich dem UV-Absorptionsspektrum des Diodenarray-Detektors. Tabelle auf Seite 91 zeigt die erfolgreiche Anwendung der Methode auf eine Carbamatprobe und eine reine Referenzmischung aus DAP und AHP. Die Säule wurde mit dem nicht fluoreszierenden Carbamat 2-Benzimidazol Carbaminsäuremethylester (MBC) zum Nachweis der bekannten Verunreinigungen AHP und DAP überladen.

Hier ist eine Verunreinigung von Carbamaten dargestellt. Das Anregungsspektrum in einem zweiten Lauf zeigt die Äquivalenz von UV-Spektren und Fluoreszenzanregungsspektren. Zur Aufnahme des Emissionsspektrums wurde eine Anregungswellenlänge von 265 nm verwendet, zur Aufnahme des Anregungsspektrums eine Emissionswellenlänge von 540 nm.

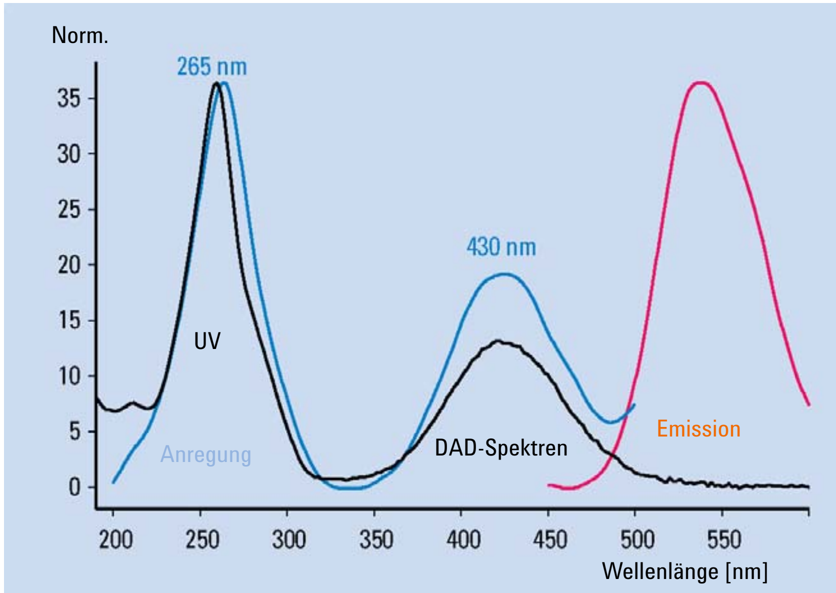


Abbildung 34 UV-Spektrum und Fluoreszenzspektren für 2,3-Diaminophenazin (DAP)

Die beiden oberen Spuren werden mit zwei verschiedenen Anregungswellenlängen erhalten.
Die untere Spur ist ein reiner Standard der bekannten Verunreinigungen.

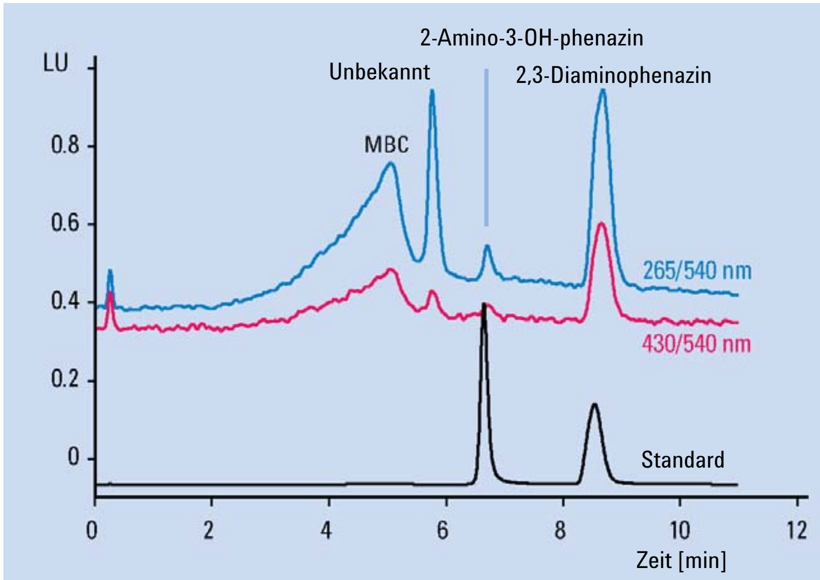


Abbildung 35 Qualitative Bestimmung von MBC (2-Benzimidazolcarbaminsäuremethylester) und Verunreinigungen

Tabelle 13 Bedingungen für die Analyse von DAP und MBC gemäß den vorherigen Abbildungen

Säule	Zorbax SB, 2 x 50 mm, PAK, 5 µm
Mobile Phase	A = Wasser; B = Acetonitril
Gradient	0 Minuten, 5% 10 Minuten, 15 %
Durchflussrate	0,4 ml/min
Säulentemperatur	35 °C
Injektionsvolumen	5 µl
FLD-Einstellungen	PMT 12, Ansprechzeit 4 s, Schrittweite 5 nm EX 265 nm und 430 nm EM 540 nm

Schritt 3: Erstellen von Routinemethoden

In der Routineanalytik können die Matrizes der Proben einen erheblichen Einfluss auf die Retentionszeiten haben. Verlässliche Ergebnisse können durch eine sorgfältige Probenvorbereitung zur Vermeidung von Wechselwirkungen oder durch ausreichend robuste LC-Methoden erzielt werden. Bei schwierigen Matrizes bietet die Multiwellenlängendetektion eine höhere Zuverlässigkeit als die Wellenlängenumschaltung mit Zeittabellen. Der FLD kann während der Signalerfassung für eine quantitative Analyse zusätzlich Fluoreszenzspektren erfassen. Daher stehen qualitative Daten für die Peak-Bestätigung und die Reinheitskontrolle in der Routineanalytik zur Verfügung.

Multiwellenlängendetektion

In der Regel wird eine zeitprogrammierte Wellenlängenumschaltung zur Erzielung niedriger Nachweisgrenzen und hoher Selektivität in der Routineanalytik eingesetzt. Diese Umschaltung ist schwierig, wenn Substanzen kurz nacheinander eluiert werden und die Änderung der Anregungs- oder Emissionswellenlänge erfordern. Wenn die Wellenlängenumschaltung während der Elution einer Substanz auftritt, können Peaks verzerrt werden, so dass eine quantitative Auswertung unmöglich wird. Dies tritt vor allem bei komplexen Matrizes auf und hat Einfluss auf die Retentionszeiten der Substanzen.

Im Spektrenmodus kann der FLD bis zu vier verschiedene Signale gleichzeitig aufnehmen. Sie können alle zur quantitativen Auswertung genutzt werden. Dies ist außer bei komplexen Matrizes bei der Überwachung auf Verunreinigungen bei zusätzlichen Wellenlängen vorteilhaft. Durch die Wahl optimaler Wellenlängeneinstellungen zu jeder Zeit können außerdem niedrige Nachweisgrenzen und eine bessere Selektivität erreicht werden. Da die Anzahl der pro Signal erfassten Datenpunkte reduziert wird, können die Nachweisgrenzen höher sein. Dies hängt von den Detektoreinstellungen im Vergleich zum Signalmodus ab.

Die PAK-Analyse kann z. B. mit simultaner Multiwellenlängendetektion anstelle der Wellenlängenumschaltung durchgeführt werden. Mit vier verschiedenen Emissionswellenlängen können alle 15 PAKs gemessen werden (siehe Tabelle auf Seite 94).

Tabelle 14 Bedingungen für die simultane Multiwellenlängendetektion in der PAK-Analyse (siehe Abbildung unten)

Säule	Vydac, 2,1 x 250 mm, PAK, 5 µm
Mobile Phase	A = Wasser; B = Acetonitril (50 : 50)
Gradient	3 min, 60 % 14,5 min, 90 % 22,5 min, 95 %
Flussrate	0,4 mL/min
Säulentemperatur	22 °C
Injektionsvolumen	2 µL
FLD-Einstellungen	PMT 12 , Ansprechzeit 4 s

Die obere Spur wurde mit herkömmlicher Wellenlängenmoduli erung erhalten.

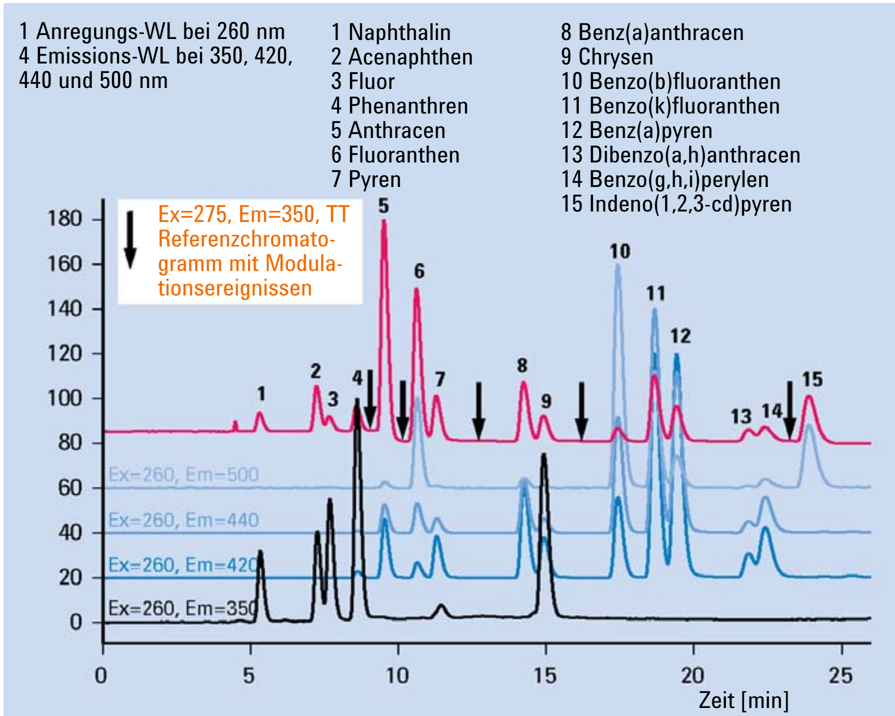


Abbildung 36 Simultane Multiwellenlängendetektion in der PAK-Analyse

Bislang verfügten nur Diodenarray-Detektoren und massenspektrometrische Detektoren über die Fähigkeit, Spektralinformationen online zur Bestätigung der Identität eines Peaks bei einer bestimmten Retentionszeit auszugeben.

Diese Möglichkeit steht nun auch in der Fluoreszenzdetektion als zusätzliches Werkzeug zur automatischen Peak-Bestätigung und Reinheitskontrolle zur Verfügung. Nach der quantitativen Analyse ist kein weiterer Lauf erforderlich.

Während der Methodenentwicklung werden Fluoreszenzanregungs- und -emissionsspektren mit Referenzstandards erfasst und ggf. vom Methodenentwickler in eine Bibliothek aufgenommen. Alle Spektraldaten von unbekannten Proben können dann automatisch mit den Bibliotheksdaten verglichen werden. Tabelle 15 auf Seite 95 erläutert dieses Prinzip anhand einer PAK-Analyse. Der Übereinstimmungsfaktor (Match Factor), der im Report für jeden Peak angegeben wird, beschreibt den Grad der Übereinstimmung zwischen

dem Referenz- und dem Peakspektrum. Ein Übereinstimmungsfaktor von 1.000 steht für identische Spektren.

Zusätzlich kann die Reinheit eines Peaks durch Vergleich der einzelnen Spektren dieses Peaks miteinander untersucht werden. Wenn die Reinheit eines Peaks innerhalb des definierten Limits liegt, wird der Reinheitsfaktor als Mittelwert aus allen Spektren innerhalb der Reinheitsgrenzen berechnet.

Die Zuverlässigkeit des Reinheits- und Übereinstimmungsfaktors hängt von der Qualität der aufgenommenen Spektren ab. Da in einem Fluoreszenzdetektor allgemein weniger Datenpunkte zur Verfügung stehen, zeigen die Übereinstimmungsfaktoren und Reinheitsdaten im Vergleich zum Diodenarray-Detektor selbst bei identischen Substanzen stärkere Abweichungen.

Tabelle 15 auf Seite 95 zeigt eine automatische Bibliothekssuche auf Grundlage der Emissionsspektren der PAK-Referenzprobe.

Tabelle 15 Peak-Bestätigung anhand einer Bibliothek von Fluoreszenzspektren

Messwert Ansprech-zeit [min]	Kalibrier-tab. [min]	Biblio-thek [min]	Signal	Menge [ng]	Reinheits-faktor Faktor	#	Überein-stimmung	Name der Bibliothek
4,859	4,800	5,178	1	1,47986e-1	-	1	993	Naphthalene@em
6,764	7,000	7,162	1	2,16156e-1	-	1	998	Acenaphthene@em
7,137	7,100	7,544	1	1,14864e-1	-	1	995	Fluorene@em
8,005	8,000	8,453	1	2,56635e-1	-	1	969	Phenanthrene@em
8,841	8,800	9,328	1	1,76064e-1	-	1	993	Anthracene@em
9,838	10,000	10,353	1	2,15360e-1	-	1	997	Fluoranthene@em
10,439	10,400	10,988	1	8,00754e-2	-	1	1000	Pyrene@em
12,826	12,800	13,469	1	1,40764e-1	-	1	998	Benz(a)anthracene@em
13,340	13,300	14,022	1	1,14082e-1	-	1	999	Chrysene@em
15,274	15,200	16,052	1	6,90434e-1	-	1	999	Benzo(b)fluoranthene@em
16,187	16,200	17,052	1	5,61791e-1	-	1	998	Benzo(k)fluoranthene@em
16,865	16,900	17,804	1	5,58070e-1	-	1	999	Benz(a)pyrene@em

Tabelle 15 Peak-Bestätigung anhand einer Bibliothek von Fluoreszenzspektren

Messwert Ansprech-zeit [min]	Kalibrier-tab. [min]	Biblio-thek [min]	Signal	Menge [ng]	Reinheits-faktor Faktor	#	Überein-stimmung	Name der Bibliothek
18,586	18,600	19,645	1	5,17430e-1	-	1	999	Dibenz(a,h)anthracene@em
19,200	19,100	20,329	1	6,03334e-1	-	1	995	Benzo(g,h,i)perylene@em
20,106	20,000	21,291	1	9,13648e-2	-	1	991	Indeno(1,2,3-c,d)pyrene@em

Beispiel: Optimierung für mehrere Substanzen

Beispiel: Optimierung für mehrere Substanzen

Unter Verwendung von PAKs als Probe werden in diesem Beispiel die beschriebenen Scanfunktionen genutzt.

Festlegen der chromatographischen Bedingungen

In diesem Beispiel werden folgende chromatographische Bedingungen genutzt (die Detektoreinstellungen sind in Abbildung 37 auf Seite 99 dargestellt).

Tabelle 16 Chromatographische Bedingungen

Mobile Phasen	A = Wasser = 50 % B = Acetonitril = 50 %
Säule	Vydac-C18-PNA, 250 mm x 2,1 mm ID mit 5 µm Korngröße
Probe	PAH 0,5 ng
Durchflussrate	0,4 ml/min
Kompressibilität A (Wasser)	46
Kompressibilität B (Acetonitril)	115
Hub A und B	Automatisch
Zeitplan	bei 0 min % B = 50
	bei 3 min % B = 60
	bei 14,5 min % B = 90
	bei 22,5 min % B = 95
Stoppzeit	26 min
Nachspülzeit	8 min
Injektionsvolumen	1 µl
Ofentemperatur (1200)	30 °C
FLD PMT Gain	PMT = 15
FLD-Ansprechzeit	4 s

Wählen Sie eine Anregungswellenlänge im unteren UV-Bereich (230...260 nm). Damit ist die Fluoreszenz in Ihrer Probe nahezu vollständig abgedeckt.

Verwenden Sie KEINE zusätzlichen Emissionswellenlängen (B, C, D). Dies würde zu einer Erhöhung der Scanzeit und zu einer Verringerung der Leistung führen.

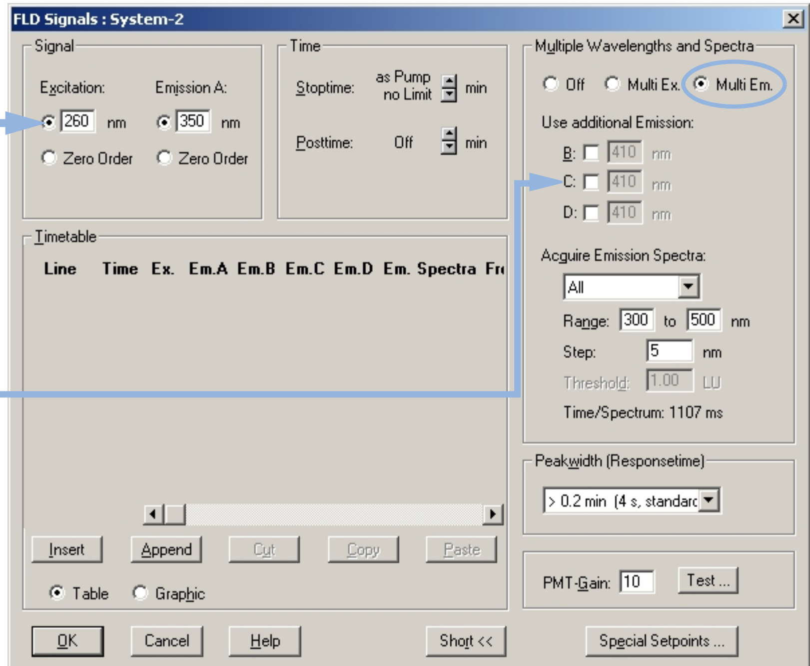


Abbildung 37 Detektoreinstellungen für Emissionsscans

1 Warten Sie auf die Stabilisierung der Basislinie. Führen Sie den Lauf durch.

2 Laden Sie das Signal. (In diesem Beispiel wird nur ein Zeitfenster von 13 Minuten dargestellt.)

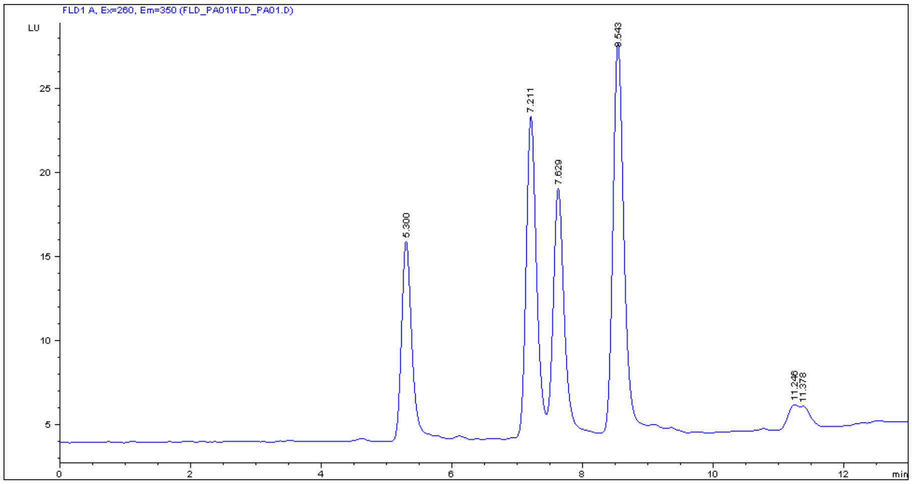


Abbildung 38 Chromatogramm aus einem Emissionsscan

3 Nutzen Sie den Isoabsorptions-Plot und ermitteln Sie die optimalen Emissionswellenlängen gemäß der Tabelle unten.

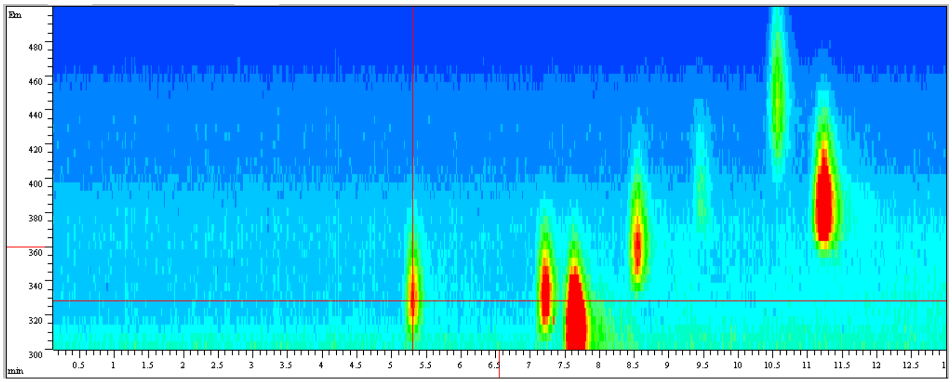


Abbildung 39 Isoabsorbanz-Plot aus Emissionsscan

Tabelle 17

Peak Nr.	Zeit	Emissionswellenlänge
1	5.3 min	330 nm
2	7.2 min	330 nm
3	7.6 min	310 nm
4	8.6 min	360 nm
5	10.6 min	445 nm
6	11.23 min	385 nm

4 Mit den Einstellungen und der Zeittabelle der vorhergehenden Seite können Sie einen zweiten Lauf zur Ermittlung der optimalen Anregungswellenlänge durchführen. Siehe Abbildung 40 auf Seite 102.

Verwenden Sie KEINE zusätzlichen Anregungswellenlängen (B, C, D). Dies würde zu einer Erhöhung der Scanzeit und zu einer Verringerung der Leistung führen.

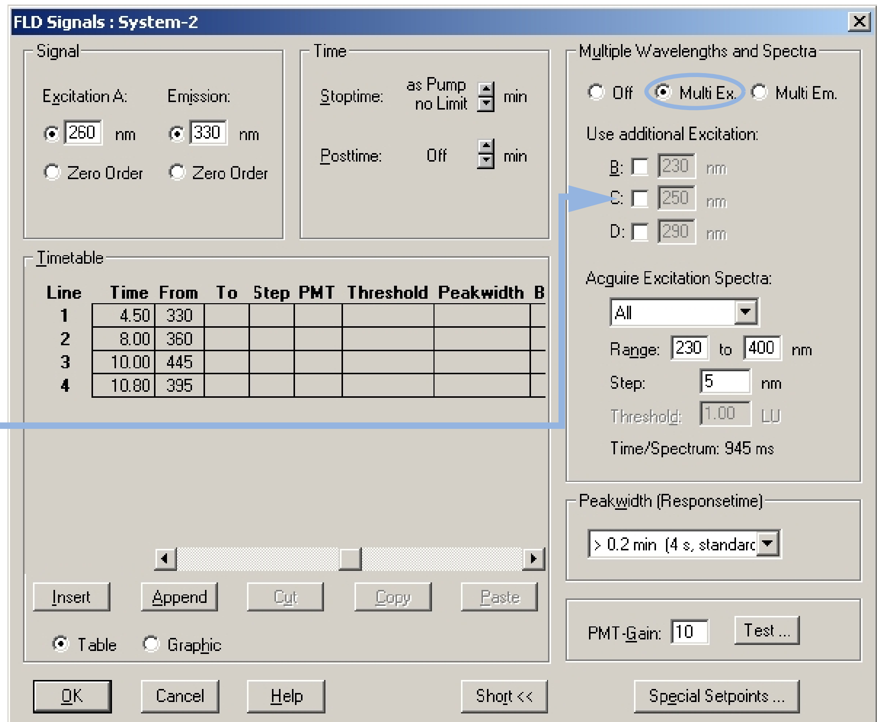


Abbildung 40 Detektoreinstellungen für einen Anregungsscan

5 Warten Sie auf die Stabilisierung der Basislinie. Starten Sie den Lauf.

6 Laden Sie das Signal.

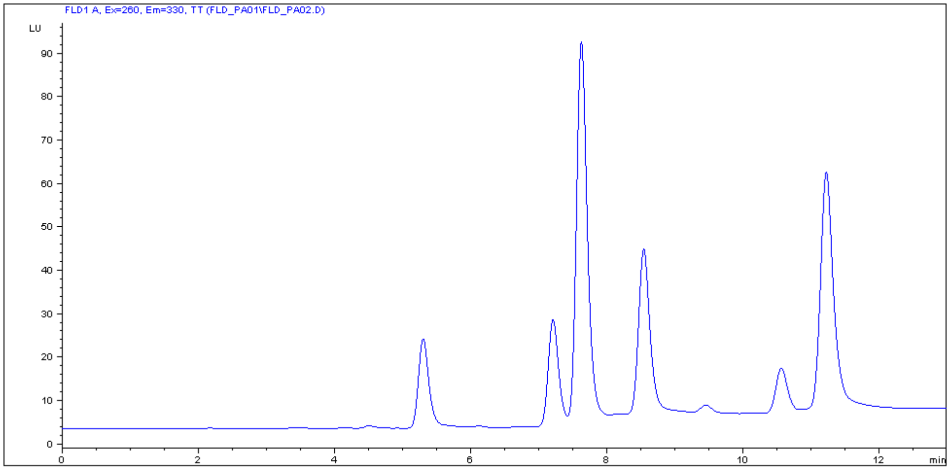


Abbildung 41 Chromatogramm - Anregungsscan bei einer Referenzwellenlänge von 260/330 nm

7 Nutzen Sie den Isoabsorptions-Plot und ermitteln Sie die optimalen Anregungswellenlängen (in diesem Beispiel nur im Zeitbereich von 13 Minuten).

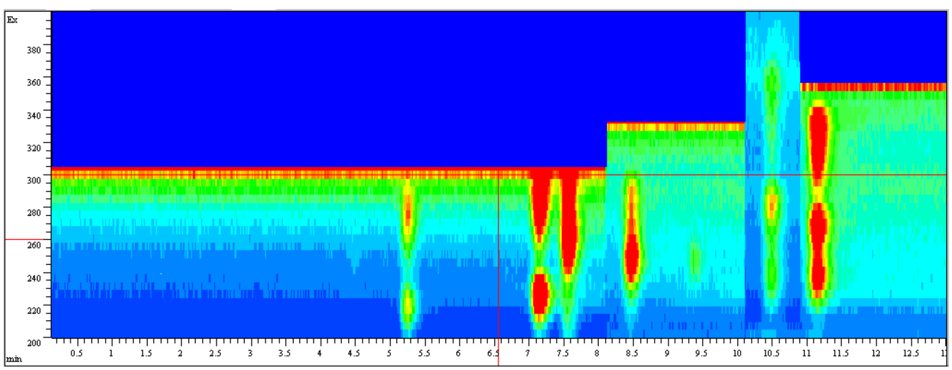


Abbildung 42 Isoabsorptions-Plot - Anregung

In der Tabelle unten sind alle Informationen über die Emissionsmaxima (aus Abbildung 39 auf Seite 101) und die Anregungsmaxima zusammengefasst.

Tabelle 18

Peak Nr.	Zeit	Emissionswellenlänge	Anregungswellenlänge
1	5.3 min	330 nm	220 / 280 nm
2	7.3 min	330 nm	225 / 285 nm
3	7.7 min	310 nm	265 nm
4	8.5 min	360 nm	245 nm
5	10.7 min	445 nm	280 nm
6	11.3 min	385 nm	270 / 330 nm

Ermittlung des Systemuntergrunds

In diesem Beispiel wird Wasser verwendet.

1 Pumpen Sie Lösungsmittel durch Ihr System.

2 Wählen Sie den Bereich für einen Fluoreszenzscan unter „FLD Special Setpoints“ (Weitere Sollwerte) gemäß Ihren Anforderungen.

HINWEIS Die Scanzeit erhöht sich bei Erweiterung des Scanbereichs. Mit den Standardwerten beträgt die Scanzeit ca. 2 Minuten.

3 Wählen Sie einen PMT-Gain-Wert von 16.

Die Dauer wird durch den Wellenlängenbereich und die Anzahl der Schritte vorgegeben. Im Maximumbereich würde der Scan ungefähr 10 Minuten dauern.

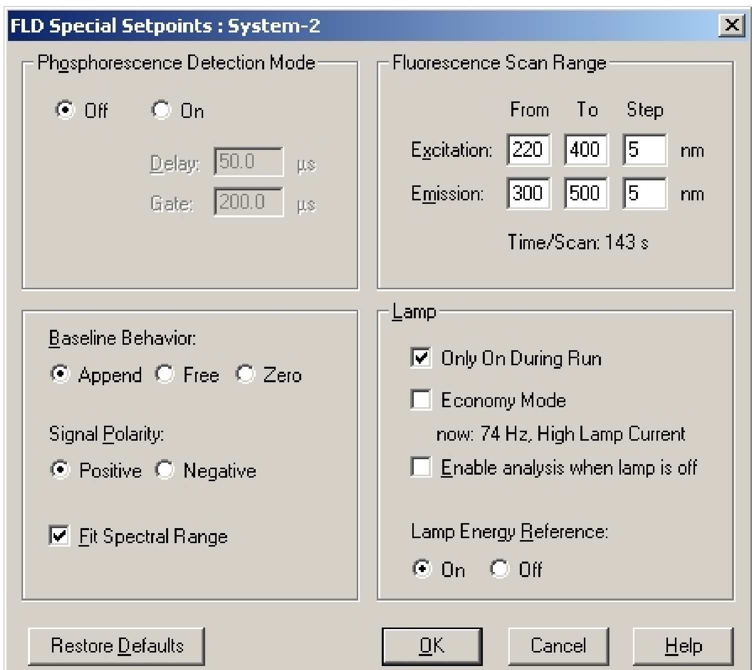


Abbildung 43 Spezielle FLD-Einstellungen

4 Definieren Sie einen Namen für die Datei und nehmen Sie einen Fluoreszenzscan auf. Nach Abschluss des Scans erscheinen die Ergebnisse des Isoabsorptions-Plots (siehe Abbildung 44 auf Seite 106).

HINWEIS Ein niedriger Untergrund verbessert das Signal/Rausch-Verhältnis (siehe auch "Reduktion von Streulicht" auf Seite 132).

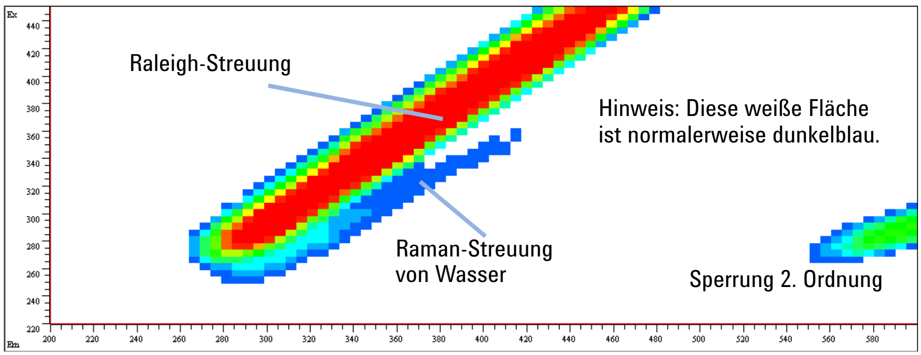


Abbildung 44 Fluoreszenzscan von Wasser

Aufnahme von Spektren in den Betriebsarten „SPECTRA ALL IN PEAK“ (ALLE SPEKTREN IM PEAK) und „APEX SPECTRA ONLY“ (NUR SPEKTREN AM MAXIMUM)

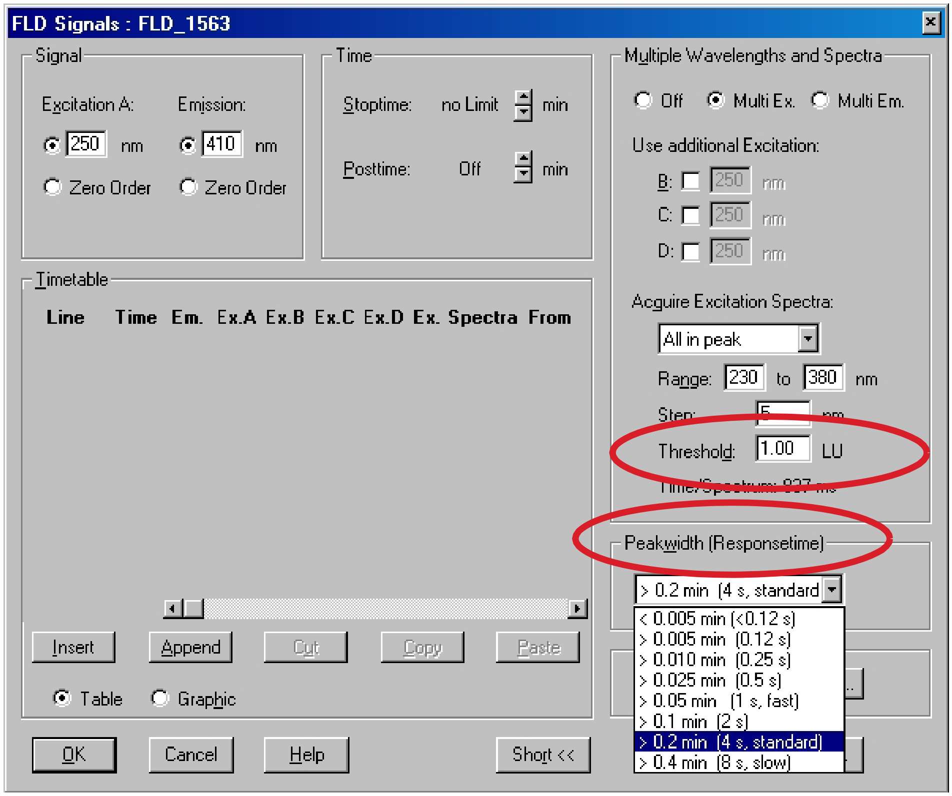
Dieser Abschnitt beschreibt die Umgehung einer Fehlfunktion in der aktuellen Implementierung der Agilent ChemStation mit dem Fluoreszenzdetektor (G1321A/B). In diesen Betriebsarten werden Spektren zwischenzeitlich nicht in der Datei gespeichert.

Die Peak-getriggerte Spektrenerfassung im FLD wird durch 2 Parameter gesteuert - THRS (Threshold bzw. Schwellenwert) und PDPW (PeakDetector PeakWidth bzw. Peakdetektor Peakbreite). Der Parameter PKWD (Detector PeakWidth bzw. Detektor Preakbreite) beeinflusst darüber hinaus nur die Filterung des Chromatogramms.

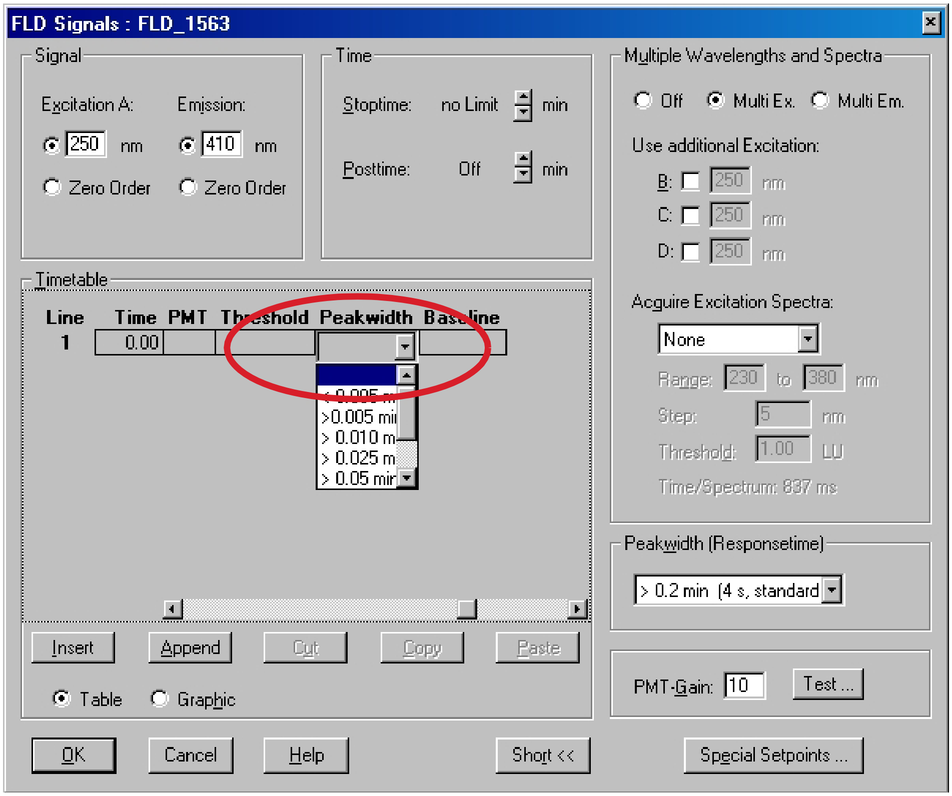
1 Legen Sie die Parameter THRS, PDPW und PKWD entsprechend dem aktuellen Chromatogramm fest.

   Die besten Ergebnisse bei der Erfassung Peak-getriggerter Spektren erhält man, wenn PDPW 2 Stufen niedriger ist als PKWD, siehe “Einstellungen der Peakbreite” auf Seite 131.

2 Im Setup-Bildschirm des FLD gibt es 2 Felder zur Eingabe des PKWD **Peakwidth (Responsetime)** und des THRS **Threshold** (bei Auswahl von **Multi-EX** oder **Multi-EM** sichtbar). Standardwerte sind: PKWD = 6 (0,2 min); THRS = 5,000 LU.



Die ausgewählten Werte werden während des Laufs nicht geändert. Änderungen des PDPW sind nur im Feld **Peakwidth** im Zeitplan möglich (bei Auswahl von **Multi-EX** oder **Multi-EM** sichtbar).



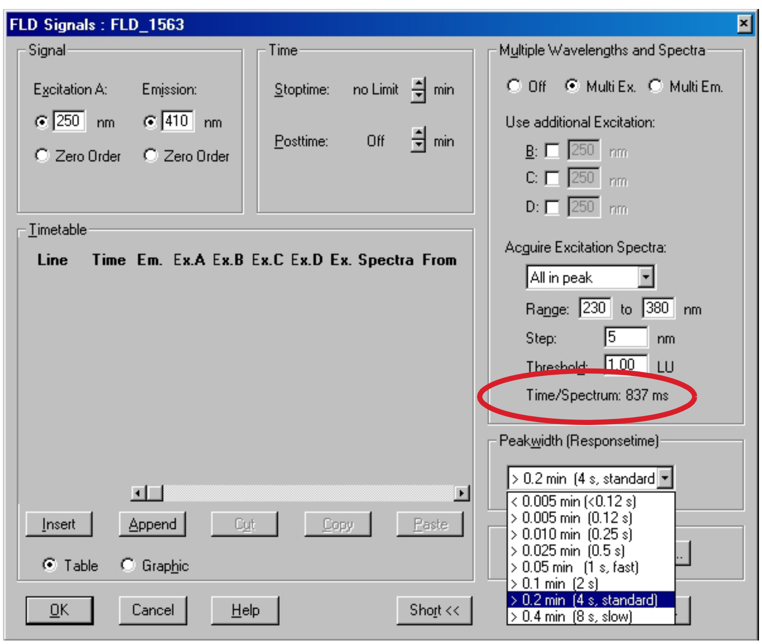
HINWEIS

Wird PKWD geändert, sollte auch PDPW geändert werden. Geben Sie in den Zeitplan bei 0,0 min einen PDPW = PKWD - 2 ein (z. B. PKWD = 0,2 min, PDPW = 0,05 min). Bei einem längeren Chromatogramm und einer späteren Peakverbreiterung kann der PDPW-Wert mit einem zusätzlichen Eintrag im **Timetable** um 1 Stufe erhöht werden.

THRS und PDPW beeinflussen die Peak-getriggerte Spektrenerfassung. THRS kann im Setup-Bildschirm des FLD geändert werden; PDPW lässt sich nur im Feld **Peakwidth** im **Timetable** ändern.

Hinweise:

- Der Peakdetektionsalgorithmus funktioniert am besten, wenn ein Peak auf 8 – 16 Datenpunkte reduziert wird. Der FLD erfasst die Datenpunkte mit einer internen Datenrate von 74,08 Hz (= 13,50 ms) (nur 1 Signal). Die Datenreduzierung wird nur vom Parameter PDPW beeinflusst. Ist der PDPW zu niedrig, findet der Peakdetektor keinen Peak und geht stattdessen von einer steigenden/fallenden Basislinie zu Beginn/am Ende des Peaks aus. Ist der PDPW zu groß, nimmt der Peakdetektor an, dass es sich bei dem Peak um Rauschen handelt.
- Der Peakdetektor arbeitet online mit dem aktuellen Chromatogramm. Das bedeutet, dass der Beginn/das Maximum/das Ende eines Peaks verzögert erkannt werden. Darüber hinaus werden die Punkte der Spektren sequenziell erfasst. Das bedeutet, dass die Erfassung weit gefasster Spektren weit länger dauert als die Erfassung eines eng gefassten Spektrums. Bei einer hohen Chromatographiegeschwindigkeit ist es nahezu unmöglich, ein „sauberes“ APEX-Spektrum zu erfassen: die ersten/letzten Punkte der Spektren werden erfasst, bevor/nachdem die höchste Konzentration in der Detektorzelle erreicht ist.
- Die Dauer der Erfassung eines Einzelspektrums ist im Setup-Bildschirm des FLD gezeigt.



Informationen zu Lösungsmitteln

Beachten Sie die folgenden Empfehlungen bei der Wahl der Lösungsmittel.

- Beachten Sie die Empfehlungen zur Verhinderung von Algenwachstum, siehe Pumpenhandbücher.
- Kleine Partikel können die Kapillarleitungen und Ventile dauerhaft verstopfen. Filtern Sie Lösungsmittel daher immer mit 0,4 µm-Filtern.
- Vermeiden oder minimieren Sie die Verwendung von Lösungsmitteln, die zur Korrosion von Elementen des Flusswegs führen können. Beachten Sie die Spezifikationen des pH-Bereichs für die unterschiedlichen Materialien wie Flusszellen, Ventilmaterialien usw. und die Empfehlungen in den nachstehenden Abschnitten.

Informationen zu Lösungsmitteln für Teile des LC-Systems 1260 Infinity Bioinert

Im Agilent LC-System 1260 Infinity Bioinert werden für die medienberührten Teile auf dem Flussweg Materialien von höchster Qualität verwendet (siehe “Bioinerte Materialien” auf Seite 32. Diese unter Biowissenschaftlern allgemein anerkannten Materialien sind gegenüber biologischen Proben ausgesprochen inert und garantieren eine optimale Kompatibilität mit gebräuchlichen Proben und Lösungsmitteln über einen weiten pH-Bereich. Im Einzelnen ist der gesamte Flussweg frei von Edelstahl und Legierungen, die Metalle wie Eisen, Nickel, Kobalt, Chrom, Molybdän oder Kupfer enthalten und mit biologischen Proben in Wechselwirkung treten können. Ab der Probeneinführung ist der Flussweg absolut metallfrei.

Es gibt jedoch kein Material, das für die verschiedensten HPLC-Geräteteile (Ventile, Kapillaren, Federn, Pumpenköpfe, Flusszellen usw.) geeignet ist und gleichzeitig mit allen möglichen Chemikalien und Anwendungsbedingungen vollkommen kompatibel ist. In diesem Abschnitt werden die bevorzugten Lösungsmittel empfohlen. Chemikalien, die als problematisch bekannt sind, sollten vermieden werden oder die Exposition sollte minimiert und beispielsweise auf kurze Reinigungsvorgänge beschränkt werden. Nach der Verwendung potentiell aggressiver Chemikalien sollte das System mit kompatiblen HPLC-Standardlösungsmitteln gespült werden.

PEEK

PEEK (Polyetheretherketon) kombiniert hervorragende Eigenschaften in Bezug auf Biokompatibilität, chemische Widerstandsfähigkeit sowie mechanische und thermische Stabilität. Daher ist es das Material der Wahl für biochemische Geräte. Es ist im angegebenen pH-Bereich stabil und gegenüber vielen gebräuchlichen Lösungsmitteln inert. Bekannt ist jedoch eine Inkompatibilität mit Chemikalien wie Chloroform, Methylenchlorid, THF, DMSO, starken Säuren (Salpetersäure > 10 %, Schwefelsäure > 10 %, Sulfonsäuren, Trichloressigsäure), Halogenen oder wässrigen Halogenlösungen, Phenol und seinen Derivaten (Kresole, Salicylsäure usw.).

Wenn es oberhalb Raumtemperatur verwendet wird, ist PEEK empfindlich gegen Basen und verschiedene organische Lösungsmittel, die es quellen lassen können. Da normale PEEK-Kapillaren sehr empfindlich gegenüber hohem Druck sind, besonders unter solchen Bedingungen, verwendet Agilent edelstahlummantelte PEEK-Kapillaren. So bleibt der Flussweg frei von Stahl und es wird eine Druckstabilität bis mindestens 600 bar gewährleistet. Im Zweifelsfall informieren Sie sich bitte in der verfügbaren Literatur über die chemische Kompatibilität von PEEK.

Titan

Titan weist über große Konzentrations- und Temperaturbereiche eine hohe Beständigkeit gegenüber oxidierenden Säuren (zum Beispiel Salpetersäure, Perchlorsäure und Hypochlorsäure) auf. Dies beruht auf einer dünnen Oxidschicht auf der Oberfläche, die durch oxidierende Substanzen stabilisiert wird. Reduzierende Säuren (zum Beispiel Salzsäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure) können eine leichte Korrosion verursachen, die mit steigender Säurekonzentration und Temperatur zunimmt. So liegt beispielsweise die Korrosionsgeschwindigkeit mit 3 % HCl (etwa pH 0,1) bei Raumtemperatur ungefähr bei 13 µm/Jahr. Bei Raumtemperatur ist Titan gegenüber Konzentrationen von etwa 5 % Schwefelsäure (etwa pH 0,3) beständig. Wird zu Salzsäure oder Schwefelsäure Salpetersäure hinzugegeben, senkt dies die Korrosionsgeschwindigkeiten signifikant. Titan korrodiert in Anwesenheit von wasserfreiem Methanol. Dies kann durch das Hinzufügen von kleinen Mengen Wasser (etwa 3 %) vermieden werden. Mit Ammoniak > 10 % kann es möglicherweise zu einer leichten Korrosion kommen.

Quarzglas

Quarzglas ist gegenüber allen gebräuchlichen Lösungsmitteln und Säuren mit Ausnahme von Fuorwasserstoffsäure inert. Es wird durch starke Basen korrodiert und sollte bei Raumtemperatur nicht bei einem pH-Wert über 12 verwendet werden. Die Korrosion der Flusszellenfenster kann die Messergebnisse negativ beeinflussen. Für einen pH-Wert über 12 wird die Verwendung von Flusszellen mit Saphirfenstern empfohlen.

Gold

Im angegebenen pH-Bereich ist Gold gegenüber allen gebräuchlichen HPLC-Lösungsmitteln, Säuren und Basen inert. Es kann jedoch durch komplexierende Cyanide und konzentrierte Säuren wie Königswasser (ein Gemisch aus konzentrierter Salzsäure und Salpetersäure) korrodiert werden.

Zirkoniumoxid

Zirkoniumoxid (ZrO_2) ist gegenüber nahezu allen gebräuchlichen Säuren, Basen und Lösungsmitteln inert. Es gibt keine dokumentierten Inkompatibilitäten für HPLC-Anwendungen.

Platinum/Iridium

Platin/Iridium ist gegenüber nahezu allen gebräuchlichen Säuren, Basen und Lösungsmitteln inert. Es gibt keine dokumentierten Inkompatibilitäten für HPLC-Anwendungen.

PTFE

PTFE (Polytetrafluorethen) ist gegenüber nahezu allen gebräuchlichen Säuren, Basen und Lösungsmitteln inert. Es gibt keine dokumentierten Inkompatibilitäten für HPLC-Anwendungen.

Saphir, Rubin und Keramik auf Al_2O_3-Basis

Saphir, Rubin und Al_2O_3-Keramik sind gegenüber nahezu allen gebräuchlichen Säuren, Basen und Lösungsmitteln inert. Es gibt keine dokumentierten Inkompatibilitäten für HPLC-Anwendungen.

Die vorstehenden Informationen wurden externen Quellen entnommen und sollen lediglich als Referenz dienen. Agilent übernimmt keine Garantie für die

Vollständigkeit und Richtigkeit dieser Informationen. Wegen der katalytischen Effekte von Verunreinigungen wie Metallionen, Komplexierungsmitteln, Sauerstoff usw. können diese Angaben auch nicht verallgemeinert werden. Die meisten verfügbaren Informationen beziehen sich auf Raumtemperatur (typischerweise 20 – 25 °C, 68 – 77 °F). Falls Korrosion möglich ist, nimmt sie in der Regel bei höheren Temperaturen zu. Im Zweifelsfall ziehen Sie bitte zusätzliche Informationsquellen zu Rate.

5
Optimierung des Detektors

Dieses Kapitel bietet Informationen zur Optimierung des Detektors.

Überblick über die Optimierung

HINWEIS Einige der in diesem Kapitel beschriebenen Funktionen (z. B. Spektrenerfassung, Multiwellenlängendetektion) stehen am Fluoreszenzdetektor G1321C 1260 Infinity nicht zur Verfügung.

1 Wahl des richtigen PMT-Werts (Verstärkung des Photomultipliers)

Für die meisten Anwendungen ist die Einstellung „10“ richtig (siehe “Bestimmung der besten Signalverstärkung” auf Seite 121). Der A/D-Wandler des FLD bietet einen großen linearen Messbereich, so dass die Anpassung der PMT-Einstellung für die meisten Applikationen nicht erforderlich ist. Falls z. B. ein Peak bei hoher Konzentration abgeschnitten wird, muss die PMT-Einstellung verkleinert werden. Beachten Sie dabei, dass bei niedrigen PMT-Werten das Signal/Rausch-Verhältnis kleiner (ungünstiger) wird.

Der eingebaute PMT-Gain-Test verwendet die Parameter im Detektor. Die berechneten Ergebnisse des PMT-Gain-Tests sind von der Wellenlängeneinstellung und dem Lampenmodus (Multiwellenlängenmodus oder Energiesparmodus) abhängig.

HINWEIS Falls Sie einen oder mehrere Parameter verändert haben, können Sie durch Drücken von **OK** die neuen Einstellungen im FLD speichern. Rufen Sie dann erneut **FLD-Signals** auf und starten Sie den PMT-Gain-Test.

2 Wahl einer geeigneten Ansprechzeit

Für die meisten Anwendungen ist die Einstellung „4“ richtig (siehe “Wahl der besten Ansprechzeit des Detektors” auf Seite 129). Nur für sehr schnelle Analysen mit kurzen Säulen und hohen Flussraten wird eine kürzere Einstellung empfohlen. Beachten Sie, dass bei sehr großen Ansprechzeiten Schnellpeaks ein wenig niedriger und breiter ausfallen, die Retentionszeiten und Peakflächen aber trotzdem richtig und reproduzierbar sind.

3 Bestimmen der optimalen Wellenlänge

Viele fluoreszenzaktive Moleküle absorbieren bei 230 nm (siehe “Ermitteln der besten Wellenlängen” auf Seite 119). Wählen Sie eine Anregungswellenlänge von 230 nm und führen Sie einen Online-Scan der Emissionsspektren

im Multi-Emissionsmodus durch. Wählen Sie dann die ermittelte Emissionswellenlänge und führen Sie einen Scan der Anregungswellenlänge (Multi-Anregungsmodus) durch, um die beste Anregungswellenlänge zu ermitteln.

4 Auswertung von Fluoreszenzspektren

Bei Diodenarray-UV-Detektoren werden UV-Spektren aus dem Peakmaximum mit Referenzspektren aus der Basislinie verglichen. Im Unterschied hierzu werden Fluoreszenzspektren aus dem Peakmaximum mit Spektren aus den Wendepunkten ermittelt. Referenzspektren aus der Basislinie sind deshalb schlecht nutzbar, weil sie aufgrund der geringen Lichtintensität sehr starkes Rauschen aufweisen.

5 Einschalten der Lampe für den Analysenbetrieb

Die Lebensdauer der Lampe kann deutlich erhöht werden, wenn sie nur für die Messung eingeschaltet wird, außer wenn maximale Empfindlichkeit erforderlich ist. Im Unterschied zu anderen LC-Detektoren wird der Fluoreszenzdetektor nach Einschalten der Lampe in wenigen Sekunden äquilibriert.

HINWEIS Höchste Reproduzierbarkeit und Linearität erhalten Sie durch Wahl der Lampeneinstellung „Always ON“ (Immer an) anstelle von „During Run“ (Während Analyse).

Es wird eine anfängliche Aufwärmzeit von einer Stunde für das Messgerät empfohlen.

6 Keinen übermäßigen Druck auf die Detektorflusszelle ausüben

Stellen Sie sicher, dass durch den Anschluss weiterer Geräte wie Detektoren oder Fraktionssammler weniger als 20 bar Gegendruck nach der Durchflusszelle wirken. Die Anordnung eines UV-Detektors vor dem Fluoreszenzdetektor wird empfohlen.

HINWEIS Beim direkten Vergleich von Fluoreszenzanregungsspektren mit DAD-Spektren oder literaturbasierten Absorptionsspektren können durch große Unterschiede bei den spektralen Bandbreiten (beim FLD 20 nm) systematische Verschiebungen der Wellenlängenmaxima auftreten, die auch vom Absorptionsspektrum der betrachteten Substanz abhängen.

Spezielle Gerätemerkmale unterstützen Sie bei der Optimierung

Das Modul verfügt über verschiedene Parameter zur Optimierung der Detektionsleistung:

PMTGAIN	Verstärkungsfaktor des Photomultipliers
LAMP (LAMPE)	Blitzfrequenz
RESPONSETIME	Intervall zur Datenreduktion

Vor dem Beginn Geräteleistung überprüfen

Bevor Sie beginnen, können Sie überprüfen, ob Ihr Detektor gemäß den von Agilent Technologies publizierten Spezifikationen arbeitet.

Die normalen LC-reinen Lösungsmittel sind oft ausreichend. Erfahrungsgemäß erzeugen diese jedoch oft ein höheres Basislinienrauschen als fluoreszenzfähige Lösungsmittel.

Spülen Sie Ihr Pumpensystem für mindestens 15 Minuten, bevor Sie die Empfindlichkeit überprüfen. Falls Ihre Pumpe über mehrere Kanäle verfügt, sollten auch die nicht genutzten gespült werden.

Ermitteln der besten Wellenlängen

In der Fluoreszenzdetektion sind die wichtigsten zu optimierenden Parameter die Anregungs und -emissionswellenlängen. Häufig wird die Anregungswellenlänge einem Anregungsspektrum entnommen, das auf einem Spektralfluorimeter gemessen wurde. Optimale Anregungswellenlängen, die auf einem bestimmten Messgerät ermittelt wurden, werden in der Regel auch auf andere Messgeräte übertragen.

Dieses Vorgehen ist jedoch falsch.

Die optimale Anregungswellenlänge hängt von der Absorption der Substanzen und den Charakteristika des Messgeräts, z. B. dem Lampen- und Gittertyp, ab. Da die meisten organischen Moleküle im UV-Bereich am besten absorbieren, wurde das Modul auf ein optimales Signal/Rausch-Verhältnis im Bereich von 210 nm bis 360 nm des Spektrums ausgelegt. Zur Erzielung höchster Empfindlichkeit sollte die Absorptionswellenlänge Ihres Probenmoleküls mit dem Wellenlängenbereich Ihres Messgeräts übereinstimmen. Anders ausgedrückt, die Anregungswellenlänge sollte im UV-Bereich liegen. Ihr Modul verfügt über einen weiten Bereich für die Anregungswellenlänge, wobei eine maximale Empfindlichkeit bei Wahl einer Wellenlänge im UV-Bereich (um 250 nm) erzielt werden kann.

Die Xenon-Blitzlampe und die Gitter sind so konzipiert, dass sie im unteren UV-Bereich eine niedrigere Effizienz aufweisen. Bei Blitzlampen werden die optimalen Wellenlängen in niedrigere Wellenlängenbereiche verschoben, bei dem Modul zum Maximum von 250 nm. Das Anregungsgitter ist so ausgelegt, dass es seine höchste Effizienz bei 300 nm hat.

Ein Beispiel aus der Praxis

Obwohl in der Literatur für die mit Orthophthalaldehyd derivatisierte Aminosäure Alanin (Abbildung 45 auf Seite 120) eine Anregungswellenlänge von 340 nm angegeben wird, liefert der Scan auf dem Modul ein Maximum zwischen 220 nm und 240 nm.

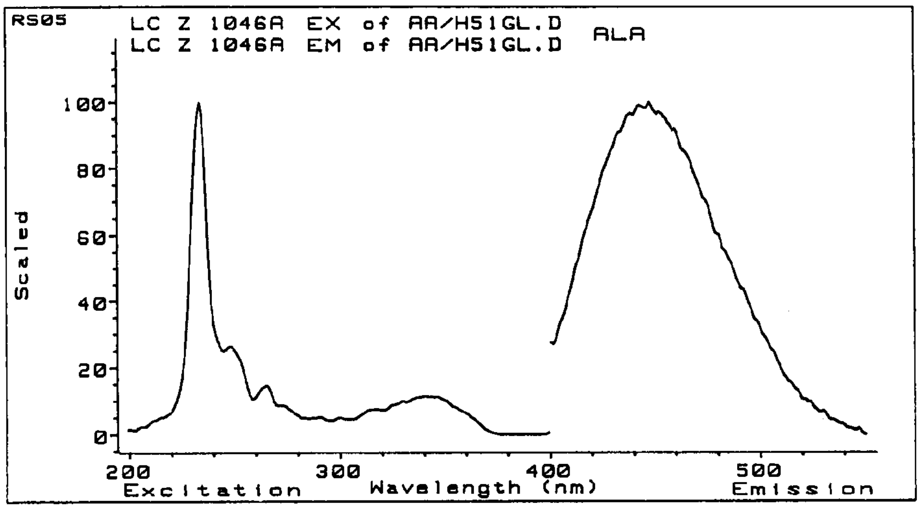


Abbildung 45 Scan Alanin, derivatisiert mit Orthophthalaldehyd

Zur Bestimmung einer Wellenlänge sollten Sie den gesamten Bereich scannen. Wie dieses Beispiel zeigt, kann ein Maximum in einem völlig anderen Wellenlängenbereich auftreten.

HINWEIS Beim direkten Vergleich von Fluoreszenzanregungsspektren mit DAD-Spektren oder literaturbasierten Absorptionsspektren können schon durch die unterschiedlichen spektralen Bandbreiten (beim FLD 20 nm) systematische Verschiebungen der Wellenlängenmaxima auftreten, die auch vom Absorptionsspektrum der betrachteten Substanz abhängen.

Bestimmung der besten Signalverstärkung

Eine Erhöhung des PMTGAIN verstärkt das Signal und das Rauschen. Dabei ist bis zu einem bestimmten Faktor die Verstärkung des Signals größer als die Verstärkung des Rauschens.

Von jeder Stufe zur nächsten wird die Verstärkung um den Faktor 2 erhöht, genauso wie beim HP 1046A FLD.

In Abbildung 46 auf Seite 121 wurde der PMTGAIN-Wert schrittweise von 4 auf 11 erhöht. Der Peak stammt von einer 1000fach verdünnten isokratischen Probe von Agilent Technologies. Mit zunehmendem PMTGAIN wurde eine Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnisses von bis zu 10 gefunden. Überhalb von 10 nimmt das Rauschen proportional zum Signal und ohne Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnisses zu.

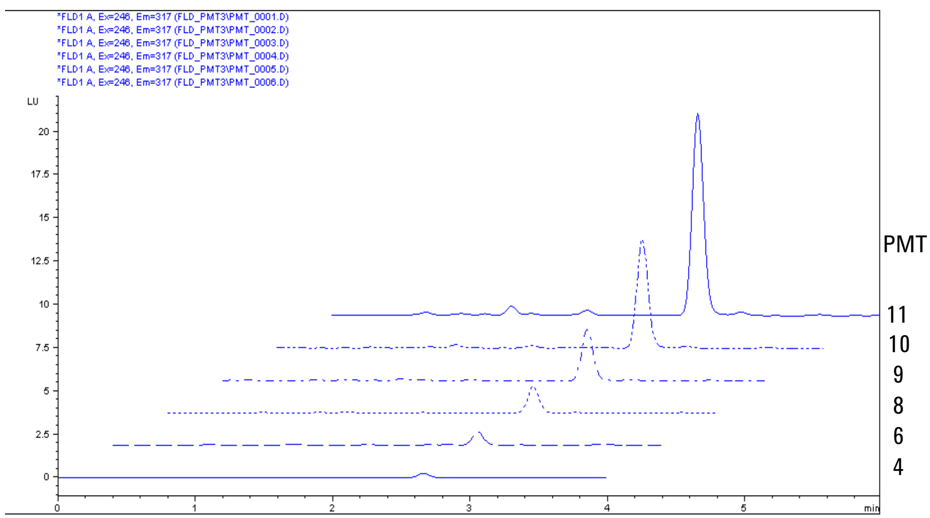


Abbildung 46 Bestimmen des besten PMTGAIN-Werts für Biphenyl

Der Grund hierfür ist, dass die Quantifizierung von Basislinien, besonders bei niedrigem Untergrund, nicht für statistische Filtermethoden ausreicht. Die beste Verstärkung können Sie für Ihr Lösungsmittel unter Durchflussbedingungen mit der Auto-Gain-Funktion finden. Verwenden Sie möglichst keine

höheren Verstärkungen, als die vom System vorgeschlagenen, da sonst übergroße Fluoreszenzsignale entstehen.

Nutzen Sie den PMT-Test zur automatischen Bestimmung dieser Einstellung.

Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD

Bei Verwendung verschiedener FLD

- Die Signalhöhe einzelner G1321 FLD-Module kann den empfohlenen Signalbereich 0 – 100 LU überschreiten. Unter bestimmten Bedingungen kann dies zu abgeschnittenen Peaks führen.
- Verschiedene G1321 FLD-Module zeigen bei identischen Methoden unterschiedliche Signalhöhen. Generell ist dies unproblematisch, ggf. aber unpraktisch, wenn im Labor mehr als ein G1321 FLD in Betrieb ist.

Beide Skalierungsprobleme lassen sich lösen. Weitere Informationen finden Sie unter “Optimieren der PMT-Gain-Stufe” auf Seite 122.

Optimieren der PMT-Gain-Stufe

Starten Sie den PMT-Gain-Test mit Ihren Betriebsbedingungen (Parameter der verwendeten Methode, EX-/EM-Wellenlänge, Lösungsmittel, Durchflussrate, ...). Der resultierende PMT-Wert liefert das beste Signal-Rausch-Verhältnis mit dem maximalen verwendbaren Signalbereich für diese Methode und das jeweilige Gerät. Bei einem anderen FLD unterscheidet sich der PMT-Wert möglicherweise (ausgehend vom jeweiligen PMT-Gain-Test).

Die nachstehende Abbildung zeigt die Auswirkungen einer Änderung des PMT-Gain.

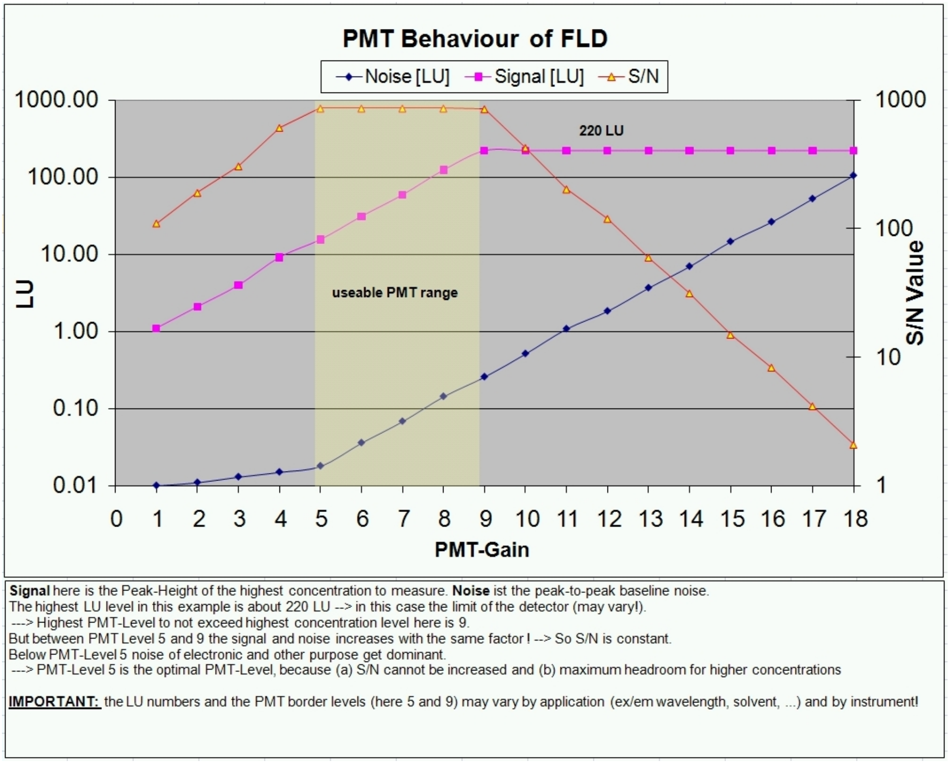


Abbildung 47 PMT-Gain-Verhalten

In diesem Beispiel liegt das maximale Ausgabesignal bei ungefähr 220 LU, und eine weitere Erhöhung des PMT (über 9) führt zu einer Signalüberlastung (Abschneiden) und zu einem Abfall des Signal-Rausch-Verhältnisses.

1 Legen Sie die PMT-Gain-Stufe fest

Überprüfen Sie nun mit Ihrer höchsten Konzentration, ob der höchste Peak abgeschnitten wird oder ein Overflow stattfindet.

- Ist dies nicht der Fall, haben Sie die Optimierung der PMT-Gain-Stufe abgeschlossen. Fahren Sie fort mit „Legen Sie Ihre Lumineszenz-Einheiten in LU fest“.
- Wenn die Überprüfung ergibt, dass die höchste Konzentration nicht in den ausgewählten Bereich passt (z. B. weil ein Peak abgeschnitten wird), können Sie die Empfindlichkeit Ihres FLD verringern, indem Sie die PMT-Stufe schrittweise um jeweils 1 reduzieren, um die Signalhöhe ungefähr zu halbieren. Diese Maßnahme geht jedoch auf Kosten der Empfindlichkeit bei niedrigen Signalpegeln (LOD).

2 Legen Sie Ihre Lumineszenz-Einheiten in LU fest

Wenn die Stärke des LU-Ausgangssignal des Detektors nicht ausreichend ist oder wenn die Ausgabe mehrerer Geräte mit unterschiedenen Ausgangssignalstärken aneinander angepasst werden soll, kann die Ausgabe eines jeden Geräts skaliert werden.

Die empfohlene Einstellung des G1321 FLD beträgt etwa 100 LU für die maximale Peakhöhe zum Erhalt eines optimalen Signal-Rausch-Verhältnisses und eines optimalen Signalbereichs. Niedrigere LU-Werte haben normalerweise keinen Einfluss auf die Geräteleistung, wenn der PMT-Gain-Test keine Probleme ergab.

Für Analogausgänge sind weniger als 100 LU optimal, um die beste Analogsignalleistung mit der Standarddämpfung von 100 LU/ 1 V zu erhalten. Verändern Sie Ihre LU-Einstellungen so, dass Ihr maximaler Signalpegel unter Standarddämpfung zwischen 50 und 80 LU liegt (Analogausgang äquivalent zu 500 mV bis 800 mV).

Nach der korrekten PMT-Einstellung können Sie jedes Gerät auf die gewünschte LU-Stufe skalieren. Wir empfehlen, einen Wert von ca. 100 LU nicht zu überschreiten. Der Parameter der Wahl heißt „Scale factor“ (Skalierfaktor) und wird vom lokalen Controller, dem Instant Pilot (B.02.07 oder höher), angewendet.

Falls ältere Versionen verwendet werden, kann der „Skalierungsfaktor“ mit folgender Befehlszeile eingegeben werden

- Agilent ChemStation:
  `PRINT SENDMODULE$(LFLD,"DMUL x.xx")`
- Instant Pilot: Wartungsmodus – FLD, dann
  `DMUL x.xx` eingeben und **SEND** (Senden) drücken.
- LAN/RS-232 Update-Tool für die Firmware: über das Menü „Send Instruction“:
  `DMUL x.xx`
- Agilent Lab Advisor-Software: über das Menü „Instruction“:
  `DMUL x.xx`

Diese Einstellung ist in den Geräten resident, auch bei Firmware-Aktualisierungen, und unabhängig von der Software-Umgebung.

Der LU-Pegel ist kein Maß für die Geräteempfindlichkeit! Bei der niedrigsten Grenzwertkonzentration (Nachweisgrenze) ist das Signal-Rausch-Verhältnis (z. B. im Raman S/N-Test) der einzige Wert zum genauen Vergleich von Chromatogrammen und Ergebnissen sowie zur Bestätigung der Geräteleistung.

Für niedrigen Hintergrund und maximale Empfindlichkeit halten Sie die Durchflusszelle sauber und verwenden Sie stets frisches Wasser, um biologische Hintergrundsignale infolge natürlicher Fluoreszenz von Algen und Bakterien zu verhindern.

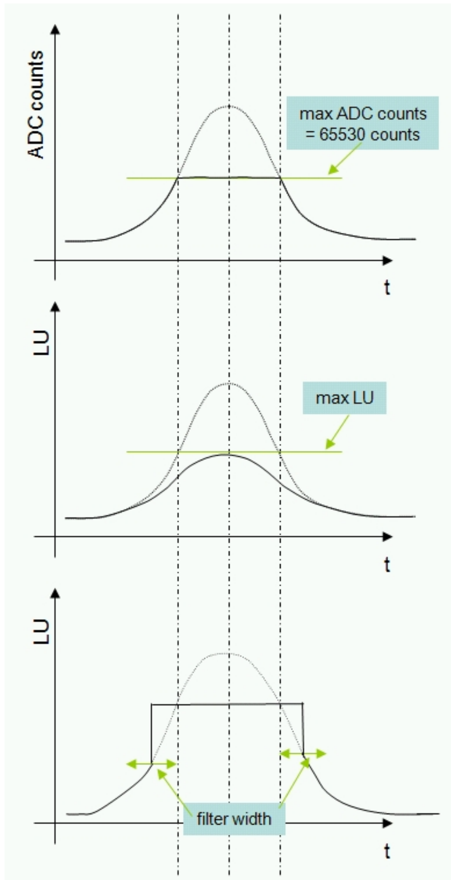
Visualisierung der Grenzen des A/D-Wandlers

Eine neue Version der Firmware (A.06.11) für den Fluoreszenzdetektor G1321A/B enthält eine neue Funktion, die „Visualisierung der Grenzen des A/D-Wandlers".

Bis Firmware-Version A.06.10 war im Chromatogramm unter bestimmten Methodenbedingungen kein „A/D-Wandler-Überlauf" sichtbar.

Ein Überlauf konnte durch Glätten eines Filters verdeckt werden und war somit für den Benutzer nicht sichtbar. In der Agilent ChemStation war das Ereignis „A/D-Wandler-Überlauf" nur im Logbuch zu sehen.

Dieses Problem trat nur dann auf, wenn der Parameter Peakbreite (Responsetime bzw. Ansprechzeit) auf einen ähnlichen Wert wie die reale Breite des Chromatographiepeaks oder höher eingestellt war.



A/D-Rohcounts
Die gemessene Lichtintensität wird durch den maximalen Bereich des A/D-Wandlers limitiert.

Ein Filter glättet den Peak, wodurch nicht klar erkennbar ist, dass die maximale Intensität erreicht ist. Außerdem sind Peakfläche und Peakhöhe verzerrt, was die Linearitätsleistung beeinträchtigt.
Beachten Sie, dass „max LU" keine feste Zahl ist, sondern von der Intensität des Referenzkanals abhängt!

Neue Implementierung (ab Firmware A.06.11)
Jeder Probenwert innerhalb der Filterbreite hat den Status „A/D-Wandler-Überlauf", und der maximal mögliche LU-Wert wird im Chromatogramm angezeigt.
Beachten Sie, dass „max LU" leicht von Lampendrift und Rauschen der Lampe, aber stark von der Anregungswellenlänge abhängt.

Als Ergebnis erscheint der „A/D-Wandler-Überlauf" als realer flacher Peak im Chromatogramm und zeigt dem Benutzer, dass der Detektorparameter (PMT-Gain oder die Konzentration der Lösung) zu hoch eingestellt ist.

HINWEIS Ein Methodentransfer 1:1 von einem FLD zu einem anderen kann zum vorstehend beschriebenen Problem „A/D-Wandler-Überlauf" führen. Einzelheiten finden Sie unter "Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD" auf Seite 122„Skalierungsbereich und Betriebsbedingungen des FLD".

Anpassen der Blitzfrequenz der Xenon-Blitzlampe

Betriebsarten

Die Blitzfrequenz der Lampe kann in die folgenden Betriebsarten geschaltet werden:

Tabelle 19 Betriebsarten der Blitzlampe

Einstellung	296 Hz (Standard), 560 V	63 mJ (18,8 W)
	74 Hz (Energiesparmodus), 560 V	63 mJ (4.7 W)
Rotation (Multi Ex/Em)	74 Hz (Standard), 950 V	180 mJ (13.3 W)
	74 Hz (Energiesparmodus), 560 V	63 mJ (4.7 W)

Die höchste Empfindlichkeit kann in der Betriebsart **no economy** (Energiesparmodus deaktiviert) erwartet werden (siehe Abbildung 48 auf Seite 127).

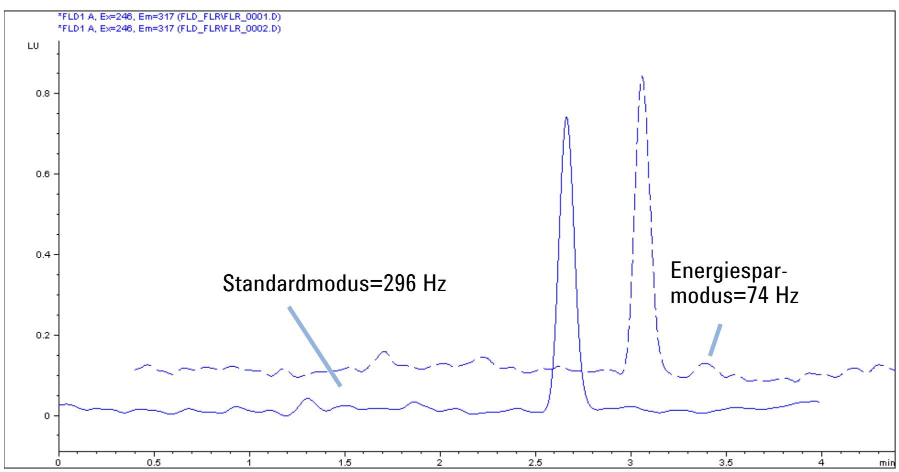


Abbildung 48 Blitzfrequenz der Xenonlampe

Verlängerte Lampenlebensdauer

Es gibt drei Möglichkeiten, die Lebensdauer der Lampe zu verlängern:

- Wählen Sie **lamp on during run** ohne Empfindlichkeitsverluste.
- Wählen Sie die Betriebsart **economy** (Energiesparmodus) mit einem gewissen Empfindlichkeitsverlust.
- Wählen Sie eine Kombination der oben erwähnten Möglichkeiten.

Wahl der besten Ansprechzeit des Detektors

Wahl der besten Ansprechzeit des Detektors

Eine Datenreduktion mit der Funktion RESPONSETIME kann das Signal-Rausch-Verhältnis verbessern.

Siehe beispielsweise Abbildung 49 auf Seite 129.

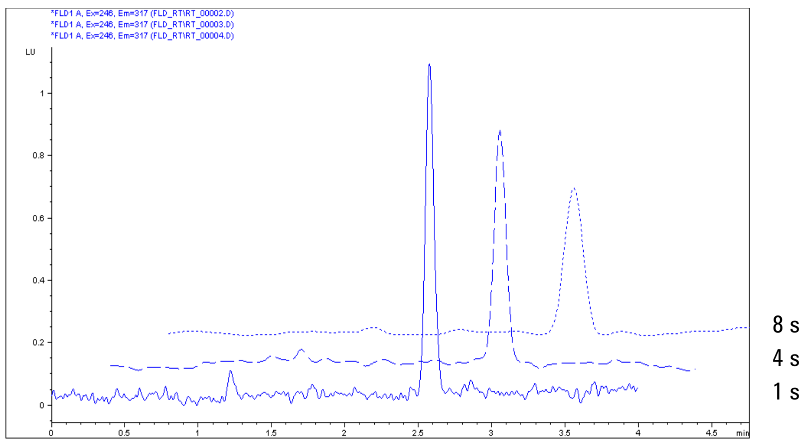


Abbildung 49 Bestimmen der besten Ansprechzeit

LC-Fluoreszenzdetektoren arbeiten normalerweise mit einer Ansprechzeit von 2 oder 4 s. Der Modulstandard beträgt 4 Sekunden. Beim Vergleich von Empfindlichkeitswerten muss darauf geachtet werden, dass dieselbe Ansprechzeit verwendet wird. Eine Ansprechzeit von 4 s (Standardwert) entspricht einer Zeitkonstanten von 1,8 s Sekunden und ist gut geeignet für chromatographische Standardbedingungen.

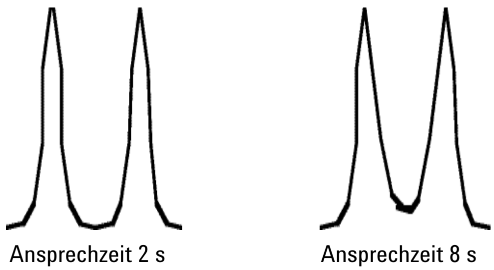


Abbildung 50 Peaktrennung mit verschiedenen Einstellungen für die Ansprechzeit

Einstellungen der Peakbreite

HINWEIS Verwenden Sie keine kleinere Peakbreite als notwendig.

Die Option für die Peakbreite ermöglicht die Auswahl der Peakbreite (Ansprechzeit) für Ihre Analyse. Die Peakbreite ist als Breite des Peaks in Minuten bei halber Peakhöhe definiert. Setzen Sie die Peakbreite auf den Wert, den Sie für den schmalsten Peak im Chromatogramm erwarten. Über die Peakbreite wird die optimale Ansprechzeit für Ihren Detektor eingestellt. Der Peakdetektor ignoriert alle Peaks, die deutlich schmaler oder breiter sind als die eingestellte Peakbreite. Die Ansprechzeit ist die Zeit zwischen 10 % und 90 % des Ausgangssignals als Antwort auf eine Eingangs-Stufenfunktion.

Grenzwerte: Wenn Sie die Peakbreite (in Minuten) festlegen, wird die entsprechende Ansprechzeit automatisch eingestellt und die geeignete Datenrate für die Signal- und Spektrenaufnahme wird ausgewählt (siehe Tabelle unten).

Tabelle 20 Einstellungen der Peakbreite

Peakbreite		Datenrate		
Bei halber Höhe [Min]	**Ansprechzeit [s]**	**Hz**	**ms**	
> 0,0016	0,016	144,93	6,9	G1321B, K1321B (ab Firmware A.06.54)
< 0,003	0,03	74,07	13,5	G1321B/C, K1321B
> 0,003	0,06	37,04	27,0	G1321A/B/C, K1321B
> 0,005	0,12	37,04	27,0	
> 0,01	0,25	37,04	27,0	
> 0,025	0,5	18,52	54,0	
> 0,05	1,0	9,26	108,0	
> 0,1	2,0	4,63	216,0	
> 0,2	4,0	2,31	432,0	
> 0,4	8,0	1,16	864,0	

Reduktion von Streulicht

Sperrfilter werden zur Unterdrückung von Streulicht sowie Streulicht 2. Ordnung oder höher verwendet, indem oberhalb der Cut-off-Wellenlänge die vollständige und darunter geringe oder keine Transmission zugelassen wird. Sie werden zwischen Anregungs- und Emissionsgitter angeordnet, damit Streulicht aus der Anregung nicht in die Photomultiplierröhre gelangen kann, die die Emissionsintensität misst.

Wenn Emissions- und Anregungswellenlänge eng beieinander liegen, wird die Empfindlichkeit durch den erhöhten Streulichtanteil stark eingeschränkt. Wenn die Emissionswellenlänge doppelt so groß wie die Anregungswellenlänge ist, stellt das Streulicht 2. Ordnung den limitierenden Faktor dar. Die Wirkung solchen Lichts höherer Ordnung beschreibt am besten ein eingeschalteter Detektor, ohne dass gerade eine Probe durch die Durchflusszelle fließt.

Die Lampe sendet eine Million Photonen in die Durchflusszelle, z. B. bei 280 nm. Streueffekte auf der Oberfläche der Durchflusszelle und an den Lösungsmittelmolekülen führen dazu, dass 0,1 % der Photonen die Zelle durch ein Fenster im rechten Winkel zur Einfallsrichtung verlassen. Ohne einen Sperrfilter erreichen diese 1.000 Photonen das Emissionsgitter. 90 % davon treffen ohne Streuung auf den Photomultiplier. Die anderen 10 % werden bei 280 nm (1. Ordnung) und bei 560 nm (2. Ordnung) gestreut. Zur Entfernung dieses Streulichts ist ein Sperrfilter bei ca. 280 nm erforderlich.

Unter Berücksichtigung vieler bekannter Applikationen wird standardmäßig ein Sperrfilter mit 295 nm eingebaut, der die ungestörte Nutzung von Wellenlängen bis 560 nm ermöglicht (siehe Abbildung 51 auf Seite 133).

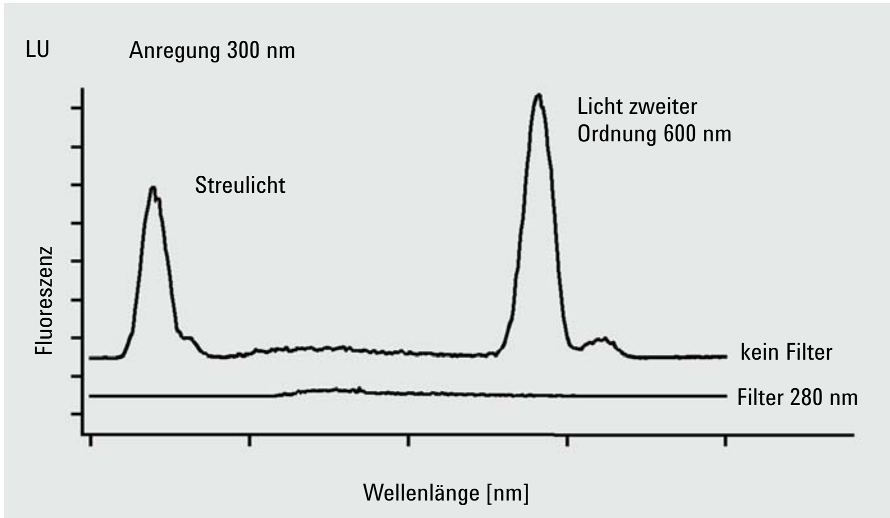


Abbildung 51 Reduktion von Streulicht

6
Fehlerbehebung und Diagnose

Dieses Kapitel bietet einen Überblick über die Fehlerbehebungs- und Diagnosefunktionen und die verschiedenen Benutzeroberflächen.

Überblick über die Anzeigen und Testfunktionen des Moduls

Statusanzeigen

Das Modul besitzt zwei Statusanzeigen, die den Betriebszustand (Vorbereitung, Analyse und Fehlerstatus) des Moduls wiedergeben. Die Statusanzeigen ermöglichen eine schnelle optische Überprüfung des Betriebszustands des Moduls.

Fehlermeldungen

Tritt ein elektronischer, mechanischer oder die Hydraulik betreffender Fehler auf, generiert das Modul eine Fehlermeldung auf der Benutzeroberfläche. Zu jeder Fehlermeldung finden Sie eine kurze Beschreibung des Fehlers, eine Aufzählung möglicher Ursachen und eine Liste empfohlener Maßnahmen zur Fehlerbeseitigung (siehe Kapitel "Fehlerbeschreibungen").

Testfunktionen

Zur Fehlerbehebung und Betriebsprüfung nach dem Austausch interner Komponenten stehen umfangreiche Testfunktionen zur Verfügung (siehe "Testfunktionen und Kalibrierungen").

Rekalibrierung der Wellenlänge

Die Rekalibrierung der Wellenlänge wird nach einer Reparatur interner Komponenten und in festen Zeitabständen empfohlen, um den fehlerfreien Betrieb des Detektors sicherzustellen. Der Detektor verwendet bestimmte Eigenschaften des Anregungs- und Emissionslichts (siehe “Wellenlängenkalibrierung” auf Seite 181).

Statusanzeigen

An der Vorderseite des Moduls befinden sich zwei Statusanzeigen. Die Anzeige links unten informiert über die Stromversorgung, die Anzeige rechts oben über den Betriebszustand des Moduls.

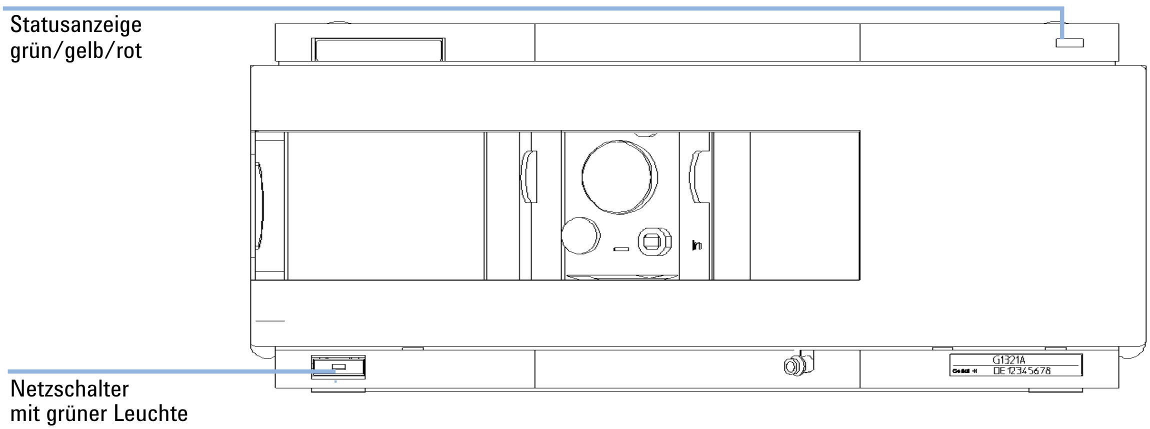


Abbildung 52 Position der Statusanzeigen

Stromversorgungsanzeige

Die Stromversorgungsanzeige ist in den Hauptnetzschalter integriert. Wenn die Anzeige leuchtet (*grün*), ist die Netzstromversorgung eingeschaltet (*EIN*).

Modulstatusanzeige

Die Modulstatusanzeige zeigt einen von sechs möglichen Betriebszuständen an:

- Wenn die Statusanzeige *AUS* ist und das Lämpchen auf dem Netzschalter leuchtet, befindet sich das Modul in der *Vorlaufphase* und ist bereit, eine Analyse zu beginnen.
- Die *grüne* Statusanzeige weist darauf hin, dass das Modul eine Analyse durchführt (*Analysenlauf*-Modus).
- Die *gelbe* Anzeige bedeutet, dass das Modul *nicht betriebsbereit* ist. Das Modul ist so lange nicht betriebsbereit, bis eine bestimmte Betriebsbedingung erreicht bzw. beendet wird (beispielsweise direkt nach der Änderung eines Sollwerts) oder bis die Ausführung einer Selbsttestfunktion abgeschlossen ist.
- Ein *Fehlerzustand* wird durch eine *rote* Anzeigenleuchte dargestellt. In diesem Fall hat das Modul ein internes Problem erkannt, das den ordnungsgemäßen Betrieb des Moduls beeinträchtigt. Normalerweise erfordert dieser Zustand ein Eingreifen seitens des Anwenders (z. B. bei Leckagen oder defekten internen Komponenten). Bei Auftreten eines Fehlerzustands wird die Analyse immer unterbrochen.

  Falls der Fehler während einer Analyse auftritt, wird dieser innerhalb des LC-Systems weitergeleitet, d. h. eine rote LED kann auf ein Problem eines anderen Moduls hinweisen. Verwenden Sie die Statusanzeige Ihrer Benutzeroberfläche, um die Ursache des Fehlers bzw. das fehlerhafte Modul ausfindig zu machen.
- Eine *blinkende* Anzeige signalisiert, dass sich das Modul im residenten Modus befindet (z. B. während einer Aktualisierung der Hauptfirmware).
- Eine *schnell blinkende* Anzeige signalisiert, dass sich das Modul in einem Low-Level-Fehlermodus befindet. Versuchen Sie in diesem Fall, das Modul neu zu starten oder einen Kaltstart durchzuführen (siehe “Spezielle Einstellungen” auf Seite 246). Versuchen Sie dann die Firmware-Aktualisierung (siehe “Austauschen der Modul-Firmware” auf Seite 202). Wenn das nicht hilft, muss die Hauptplatine ausgetauscht werden.

Benutzeroberflächen

Die Verfügbarkeit von Tests ist abhängig von der Benutzeroberfläche. Alle Testbeschreibungen basieren auf der Agilent ChemStation als Benutzeroberfläche. Einige Beschreibungen finden Sie nur im Wartungshandbuch.

Tabelle 21 Die in der entsprechenden Benutzeroberfläche verfügbaren Testfunktionen

Gerätetest	ChemStation	Instant Pilot G4208A	Lab Advisor
D/A-Wandler	Nein	Nein	Ja
Testchromatogramm	Ja (C)	Nein	Ja
Wellenlängenkalibrierung	Ja	Ja (M)	Ja
Lampenintensität	Ja	Nein	Ja
Dunkelstrom	Ja	Nein	Ja

C	per Befehl
M	Abschnitt zur Wartung
D	Abschnitt „Diagnose“

Agilent Lab Advisor-Software

Die Agilent Lab Advisor-Software ist ein eigenständiges Produkt, das mit oder ohne Datensystem verwendet werden kann. Die Agilent Lab Advisor-Software hilft Laboren bei der Verwaltung hochqualitativer chromatographischer Ergebnisse und kann ein einzelnes Agilent LC- oder alle konfigurierten Agilent GC- und LC-Systeme im Labor-Intranet in Echtzeit überwachen.

Die Software Agilent Lab Advisor bietet Diagnosefunktionen für alle Agilent Module der Serie 1200 Infinity. Dazu gehören Diagnosefunktionen, Kalibriervorgänge und Wartungsvorgänge.

Der Benutzer kann mit der Agilent Lab Advisor-Software auch den Status der LC-Geräte überwachen. Die Wartungsvorwarnfunktion Early Maintenance Feedback (EMF) erinnert an fällige Wartungen. Zusätzlich kann der Anwender einen Statusbericht für jedes einzelne LC-Gerät erstellen. Die Test- und Diagnosefunktionen der Agilent Lab Advisor-Software können von den Beschreibungen in diesem Handbuch abweichen. Detaillierte Informationen finden Sie in den Hilfedateien der Agilent Lab Advisor-Software.

Bei den Gerätehilfsprogrammen handelt es sich um eine Basisversion von Lab Advisor mit eingeschränkter Funktionalität, die zur Installation, Nutzung und Wartung erforderlich ist. Sie umfassen keine erweiterten Reparatur-, Fehlersuch- und Überwachungsfunktionen.

7
Fehlerbeschreibungen

Dieses Kapitel erläutert die Bedeutung der Fehlermeldungen, gibt Hinweise zu den möglichen Ursachen und empfiehlt Vorgehensweisen zur Behebung der Fehlerbedingungen.

Was sind Fehlermeldungen?

Fehlermeldungen werden in der Benutzeroberfläche angezeigt, wenn es sich um einen elektronischen bzw. mechanischen Fehler oder einen Fehler am Flusssystem handelt, der vor der Weiterführung der Analyse behoben werden muss. (Beispielsweise könnte eine Reparatur oder der Austausch eines Verschleißteiles erforderlich sein.) In einem solchen Fall leuchtet die rote Statusanzeige an der Vorderseite des Moduls, und der Fehler wird im Gerätelogbuch festgehalten.

Wenn ein Fehler außerhalb eines Analysenlaufs auftritt, werden die anderen Module nicht über diesen Fehler informiert. Wenn der Fehler während eines Analysenlaufs auftritt, werden alle verbundenen Module benachrichtigt, alle LEDs leuchten rot und der Analysenlauf wird gestoppt. Je nach dem Typ des Moduls erfolgt dieser Stopp auf unterschiedliche Weise. Bei einer Pumpe wird beispielsweise aus Sicherheitsgründen der Fluss gestoppt. Bei einem Detektor bleibt die Lampe eingeschaltet, um eine zusätzliche Äquilibrierungszeit zu vermeiden. In Abhängigkeit vom Fehlertyp kann der nächste Analysenlauf nur dann gestartet werden, wenn der Fehler behoben wurde, z. B. bei einer Leckage erst nach Auftrocknen der Flüssigkeit. Wenn es sich voraussichtlich um ein einmaliges Ereignis handelt, können Sie den Fehlerzustand aufheben, indem Sie in der Benutzeroberfläche das System einschalten.

Im Fall einer Leckage ist eine besondere Vorgehensweise erforderlich. Eine Leckage stellt ein potentielles Sicherheitsrisiko dar. Sie kann in einem anderen Modul aufgetreten sein als die Fehlermeldung. Eine Leckage bewirkt stets das Abschalten aller Module, sogar außerhalb eines Analysenlaufs.

In allen Fällen erfolgt die Fehlermeldung über den CAN-Bus oder über ein APG-Remote-Kabel. Weitere Informationen hierzu finden Sie in der Dokumentation zur APG-Schnittstelle.

Allgemeine Fehlermeldungen

Allgemeine Fehlermeldungen gelten für alle Agilent HPLC-Module und können auch bei anderen Modulen erscheinen.

Timeout

Error ID: 0062

Zeitüberschreitung

Das vorgegebene Zeitlimit wurde überschritten.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Die Analyse wurde erfolgreich beendet, und die Timeout-Funktion hat das Modul wie gefordert ausgeschaltet.	Suchen Sie im Logbuch nach dem Ereignis und nach der Ursache für den Status "Nicht bereit". Starten Sie die Analyse bei Bedarf nochmals.
2 Während einer Sequenz oder einer Analyse mit mehreren Injektionen war das Modul länger als das vorgesehene Zeitlimit nicht betriebsbereit.	Suchen Sie im Logbuch nach dem Ereignis und nach der Ursache für den Status "Nicht bereit". Starten Sie die Analyse bei Bedarf nochmals.

Shutdown

Error ID: 0063

Herunterfahren

Ein externes Gerät hat ein Shutdown-Signal auf der Remote-Leitung erzeugt.

Das Modul überwacht fortlaufend die am Remote-Eingang anliegenden Statussignale. Die Fehlermeldung wird erzeugt, wenn am Kontaktpin 4 des Remote-Steckers ein tiefpegeliges Eingangssignal (NIEDRIG) anliegt.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 In einem anderen, über den CAN-Bus angeschlossenen Modul, wurde ein Leck detektiert.	Beseitigen Sie das Leck im externen Gerät, bevor Sie das Modul neu starten.
2 In einem externen Gerät, das über den Remote-Anschluss mit dem System verbunden ist, wurde ein Leck entdeckt.	Beseitigen Sie das Leck im externen Gerät, bevor Sie das Modul neu starten.
3 Ein externes, über den Remote-Anschluss mit dem System verbundenes Gerät wurde abgeschaltet.	Überprüfen Sie, ob externe Geräte abgeschaltet sind.
4 Der Entgaser hat kein ausreichendes Vakuum für die Eluentenentgasung erzeugt.	Kontrollieren Sie den Vakuumentgaser auf Fehlerbedingungen. Weitere Informationen finden Sie im *Wartungshandbuch* des Entgasers bzw. der Pumpe 1260 mit eingebautem Entgaser.

Remote Timeout

Error ID: 0070

Zeitüberschreitung am Remote-Eingang

Am Remote-Eingang wird weiterhin eine fehlende Betriebsbereitschaft gemeldet. Wenn eine Analyse gestartet wird, erwartet das System, dass alle "Nicht bereit"-Bedingungen (z. B. aufgrund eines Detektorabgleichs) innerhalb einer Minute nach Analysenstart auf "Bereit" umschalten. Andernfalls wird nach einer Minute eine entsprechende Fehlermeldung ausgegeben.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Fehlende Betriebsbereitschaft bei einem der an die Remote-Leitung angeschlossenen Geräte.	Stellen Sie sicher, dass das nicht betriebsbereite Gerät korrekt installiert und ordnungsgemäß für die Analyse vorbereitet ist.
2 Defektes Remote-Kabel	Tauschen Sie das Remote-Kabel aus.
3 Defekte Komponenten in dem Gerät, das nicht betriebsbereit ist.	Überprüfen Sie das Gerät auf Defekte (siehe dazu das Handbuch des entsprechenden Geräts).

Lost CAN Partner

Error ID: 0071

Verlorener CAN-Partner

Während einer Analyse ist die interne Synchronisation oder Kommunikation zwischen einem oder mehreren Systemmodulen verloren gegangen.

Der Systemprozessor überwacht permanent die Systemkonfiguration. Diese Fehlermeldung wird erzeugt, wenn ein oder mehrere Module laut Überprüfung nicht mehr korrekt an das System angeschlossen sind.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 CAN-Kabel ist nicht angeschlossen.	• Vergewissern Sie sich, dass alle CAN-Kabel ordnungsgemäß angeschlossen sind. • Alle CAN-Kabel müssen ordnungsgemäß installiert sein.
2 Defektes CAN-Kabel	Tauschen Sie das CAN-Kabel aus.
3 Hauptplatine in einem anderen Modul ist defekt.	Schalten Sie das System aus. Starten Sie es erneut, und stellen Sie fest, welche Module nicht vom System erkannt werden.

Leak

Error ID: 0064

`Leck`

Es wurde ein Leck im Modul entdeckt.

Die Signale von zwei Temperaturfühlern (Lecksensor und der auf der Platine befindliche Sensor zur Temperaturkompensation) werden von der Leckerkennungsschaltung verwendet, um festzustellen, ob ein Leck vorhanden ist. Wenn ein Leck auftritt, kühlt sich der Lecksensor durch das Lösungsmittel ab. Dadurch ändert sich der Widerstand des Lecksensors. Diese Änderung wird durch die Sensorschaltung auf der Hauptplatine registriert.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Verschraubungen sind locker.	Stellen Sie sicher, dass alle Verschraubungen fest angezogen sind.
2 Kapillarleitung ist gebrochen.	Tauschen Sie defekte Kapillarleitungen aus.

Leak Sensor Open

Error ID: 0083

`Lecksensor offen`

Der Lecksensor im Modul ist ausgefallen (Stromkreis unterbrochen).

Der Stromfluss durch den Lecksensor hängt von der Temperatur ab. Ein Leck wird entdeckt, wenn das Lösungsmittel den Lecksensor abkühlt und sich der Stromfluss innerhalb bestimmter Grenzen ändert. Wenn die Stromstärke den unteren Grenzwert unterschreitet, wird eine Fehlermeldung ausgegeben.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Lecksensor ist nicht an die Hauptplatine angeschlossen.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
2 Der Lecksensor ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
3 Lecksensor ist nicht richtig verlegt und wird von einem Metallteil eingeklemmt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Leak Sensor Short

Error ID: 0082

Lecksensor kurzgeschlossen

Der Lecksensor im Modul ist ausgefallen (Kurzschluss).

Der Stromfluss durch den Lecksensor hängt von der Temperatur ab. Ein Leck wird entdeckt, wenn das Lösungsmittel den Lecksensor abkühlt und sich dadurch der Stromfluss innerhalb bestimmter Grenzwerte ändert. Die Fehlermeldung wird erzeugt, sobald der Strom über den oberen Grenzwert ansteigt.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Der Lecksensor ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Compensation Sensor Open

Error ID: 0081

Sensor zur Temperaturkompensation offen

Der Sensor zur Kontrolle der Umgebungstemperatur (NTC) auf der Hauptplatine des Moduls ist ausgefallen (Stromkreis unterbrochen).

Der Widerstand am Temperaturkompensator (NTC) auf der Hauptplatine hängt von der Umgebungstemperatur ab. Anhand der Widerstandsänderung gleicht die Leckschaltung Schwankungen der Umgebungstemperatur aus. Wenn die Widerstandsänderung im Fühler die Obergrenze übersteigt, wird eine Fehlermeldung ausgegeben.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Defekte Hauptplatine.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Compensation Sensor Short

Error ID: 0080

Sensor zur Temperaturkompensation kurzgeschlossen

Der Sensor zur Kontrolle der Umgebungstemperatur (NTC) auf der Hauptplatine des Moduls ist ausgefallen (Kurzschluss).

Der Widerstand am Temperaturkompensator (NTC) auf der Hauptplatine hängt von der Umgebungstemperatur ab. Anhand der Widerstandsänderung gleicht die Leckschaltung Schwankungen der Umgebungstemperatur aus. Die Fehlermeldung wird erzeugt, sobald der Widerstand über den Sensor unter den unteren Grenzwert fällt.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Defekte Hauptplatine.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Fan Failed

Error ID: 0068

Lüfter ausgefallen

Der Lüfter im Modul ist ausgefallen.

Mit Hilfe des Hallsensors auf dem Lüftersockel überwacht die Hauptplatine die Lüftergeschwindigkeit. Falls die Lüftergeschwindigkeit eine bestimmte Zeit lang einen bestimmten Grenzwert unterschreitet, wird eine Fehlermeldung erzeugt.

Abhängig vom Modul werden bestimmte Bauteile (z. B. die Lampe im Detektor) abgeschaltet, um sicherzustellen, dass das Modul innen nicht überhitzt.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Lüfterkabel ist nicht angeschlossen.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
2 Lüfter ist defekt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
3 Defekte Hauptplatine.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Detektor-Fehlermeldungen

Lamp Cover Open

Error ID: 6622, 6731

`Lampenabdeckung offen`

Die Lampenabdeckung im optischen Kompartiment wurde entfernt. Die Lampe kann nicht eingeschaltet werden, solange diese Meldung angezeigt wird.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Lampenabdeckung entfernt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

FLF Board not found

Error ID: 6620, 6730

FLF-Platine nicht gefunden

Die FLF-Platine konnte von der Hauptplatine (FLM) nicht gefunden werden. Diese Meldung ist von einigen anderen auf der FLF-Platine erzeugten Meldungen begleitet (z. B. Leckage, ...).

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 FLF-Platine ist nicht mit der FLM-Platine verbunden.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
2 Defekte FLF-Platine.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
3 Defekte FLM-Platine	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

ADC Not Calibrated

Error ID: 6621, 6732

A/D-Wandler nicht kalibriert

Der Analog/Digital-Wandler auf der FLF-Platine kann nicht kalibriert werden.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Defekter A/D-Wandler oder sonstige FLF-Elektronik defekt.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

A/D Overflow

Error ID: 6618, 6619

A/D-Wandler-Überlauf

Diese Meldung ist in Firmware-Versionen bis einschließlich A.03.66 nicht implementiert.

Sie zeigt ein Überlaufereignis des A/D-Wandlers an (Probensignal). Die Benutzeroberfläche zeigt an, dass der FLD nicht betriebsbereit ist, und im Logbuch wird ein Informationsereignis vermerkt. Wenn die Meldung während eines Laufs angezeigt wird, enthält sie außerdem Zeitangaben zum Auftreten und zum Ende des Überlaufereignisses.

1200 FLD 1 A/D overflow (RT is 0.32 min) 16:33:24 02/11/99

1200 FLD 1 A/D overflow finished (RT is 0.67 min)16:33:46 02/11/99

Ist dieses Ereignis vor einem Lauf vorhanden, kann das System den Lauf/die Sequenz nicht starten, weil es nicht betriebsbereit ist.

Ab Firmware-Version A.06.11 führt der A/D-Überlauf zu einem flachen Peak im Chromatogramm. Weitere Informationen finden Sie unter “Visualisierung der Grenzen des A/D-Wandlers” auf Seite 125.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 PMT-Einstellung zu hoch.	Reduzieren Sie den PMT-Gain.
2 Falsche Wellenlängeneinstellung.	Ändern Sie die Wellenlängeneinstellung.

Flash Lamp Current Overflow

Error ID: 6704

Blitzlampenstromüberlauf

Der Lampenstrom der Xenon-Blitzlampe wird laufend überwacht. Wird er zu hoch, wird ein Fehler erzeugt, und die Lampe wird ausgeschaltet.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Kurzschluss der Triggereinheit oder defekte FLL-Platine.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
2 Kurzschluss der Blitzlampeneinheit.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

No light at reference diode despite lamp is on

Error ID: 6721

Trotz eingeschalteter Lampe kein Licht an der Referenzdiode

- Version A/B/C der Frontend-Platine (FLF):

  Es existiert kein Rückmeldemechanismus, der überprüft, ob die Lampe eingeschaltet ist! Wenn keine Peaks im Chromatogramm zu sehen sind, zeigt die Benutzeroberfläche an, dass das Modul weiterhin betriebsbereit (**Ready**) ist. Führen Sie zunächst einen „Test der Lampenintensität“ durch (siehe “Test der Lampenintensität” auf Seite 164). Bei einem flachen Ergebnis führen Sie die nachstehenden Schritte durch.

- Version D der Frontend-Platine (FLF):

  Die Blitze der Xenon-Blitzlampe werden laufend überwacht. Wenn die Lampe mehr als 100 Mal hintereinander keinen Blitz erzeugt hat, wird dies als Fehler erkannt, und die Lampe wird ausgeschaltet.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Defekte Hardware.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Flash Trigger Lost

Error ID: 6722

Blitztrigger-Verlust

Diese Meldung wird angezeigt, wenn kein Blitztrigger mehr erzeugt wird.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Firmware-Problem.	Führen Sie einen Neustart des Detektors durch (aus- und wieder einschalten).
2 Multi-Betriebsart ausgeschaltet	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
3 Defekter Encoder.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Wavelength Calibration Failed

Error ID: 6703

Wellenlängenkalibrierung fehlgeschlagen

Diese Meldung kann während einer Wellenlängenkalibrierung angezeigt werden.

Ist die erwartete Abweichung größer als die spezifizierte Wellenlängengenauigkeit, wird die Meldung **„Wellenlängenkalibrierung fehlgeschlagen“** angezeigt, und das Gerät bleibt im nicht-betriebsbereiten Zustand.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Blitzlampe nicht gezündet oder falsche Position.	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.
2 Falsche Zellenposition.	Überprüfen Sie die Zellenposition.
3 Lösungsmittel in der Zelle nicht sauber oder Luftblase in der Zelle.	Spülen Sie die Durchflusszelle.
4 Falsche Position der Monochromatoreinheit (nach dem Austauschen).	Wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

Wavelength Calibration Lost

Error ID: 6691

Verlust der Daten der Wellenlängenkalibrierung

Nach dem Austauschen der Monochromatoreinheiten sollten die Kalibrierungsfaktoren auf die Standardwerte zurückgesetzt werden (eine neue FLM-Platine ist mit Standardwerten programmiert). In diesem Fall wird „**Verlust der Daten der Wellenlängenkalibrierung**“ angezeigt, und das Gerät bleibt im nicht-betriebsbereiten Zustand.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Zurücksetzen der Monochromator-Einstellungen nach dem Austauschen.	Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch.
2 Austauschen der FLM-Platine.	Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch.

Flow Cell Removed

Error ID: 6616, 6702, 6760

Durchflusszelle entfernt

Der Detektor verfügt über ein automatisches Zellerkennungssystem. Wird die Durchflusszelle entfernt, wird die Lampe ausgeschaltet, und das System ist nicht betriebsbereit. Wird die Durchflusszelle während einer Analyse entfernt, wird der Abschaltvorgang des Systems initiiert.

Mögliche Ursache	Empfohlene Maßnahme
1 Durchflusszelle wurde während der Analyse entfernt.	Installieren Sie eine Durchflusszelle und schalten Sie die Lampe ein.

Motorfehler

HINWEIS Monochromator-Motorfehler können während der *Initialisierung* oder während des *Betriebs* des Detektors angezeigt werden. Es gibt individuelle Meldungen für die Anregungs- und für die Emissionsseite. Wenn ein Fehler auftritt, führen Sie eine Zündung der Lampe durch. Dadurch wird der Fehler gelöscht und eine Reinitialisierung der Motoren durchgeführt.

Bei Anzeige von Motorfehlern wenden Sie sich an einen Agilent Kundendienstmitarbeiter.

8 Testfunktionen

In diesem Kapitel werden die integrierten Testfunktionen des Detektors beschrieben.

Einführung

Alle beschriebenen Tests basieren auf der Agilent Lab Advisor Software B.02.03.

Bei anderen Benutzeroberflächen wird eventuell kein Test unterstützt bzw. nur wenige.

Tabelle 22 Benutzeroberflächen und verfügbare Testfunktionen

Benutzeroberfläche	Anmerkung	Verfügbare Funktion
Agilent Geräte-hilfsprogramme	Wartungstests sind verfügbar	• Intensität • Kalibrierung der Wellenlänge
Agilent Lab Advisor	Alle Tests sind verfügbar	• Intensität • ASTM-Drift- und Rauschtest • Dunkelstrom • D/A-Wandler • Wellenlängengenauigkeit • Kalibrierung der Wellenlänge • Testchromatogramm (Werkzeuge) • Spektren-Scan (Werkzeuge) • Modulinformationen (Werkzeuge) • Diagnose (Werkzeuge)
Agilent ChemStation	Es sind ggf. einige Tests verfügbar Hinzufügen einer Temperatur	• Einige der Lab Advisor-Tests
Agilent Instant Pilot	Einige Tests sind verfügbar	• Intensität • Kalibrierung der Wellenlänge • Spektren-Scan (Werkzeuge) • Modulinformationen (Werkzeuge) • Diagnostik

Einzelheiten zur Verwendung der Benutzeroberfläche finden Sie in der entsprechenden Dokumentation.

Diagramm des Lichtwegs

Der Lichtweg ist in Abbildung 53 auf Seite 163 gezeigt.

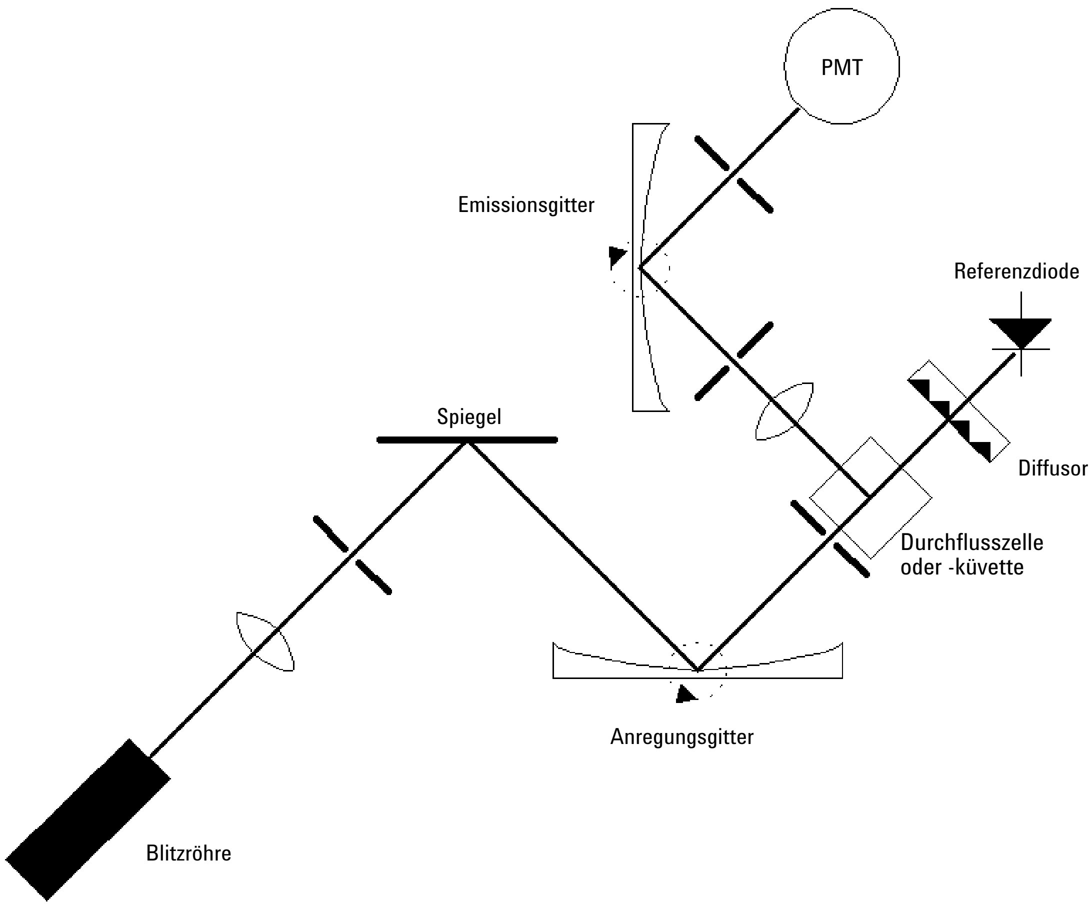


Abbildung 53 Schemadarstellung des Lichtwegs

Test der Lampenintensität

Für den Intensitätstest wird mit der Referenzdiode ein Intensitätsspektrum von 200-1200 nm in 1-nm-Schritten gescannt und in einem Diagnosepuffer gespeichert. Das Ergebnis des Scans wird in einem Fenster als Grafik angezeigt. Eine weitere Auswertung dieses Tests erfolgt nicht.

Ein Datumscode und eine Intensitätsangabe daraus werden in der Lampenhistorie abgelegt.

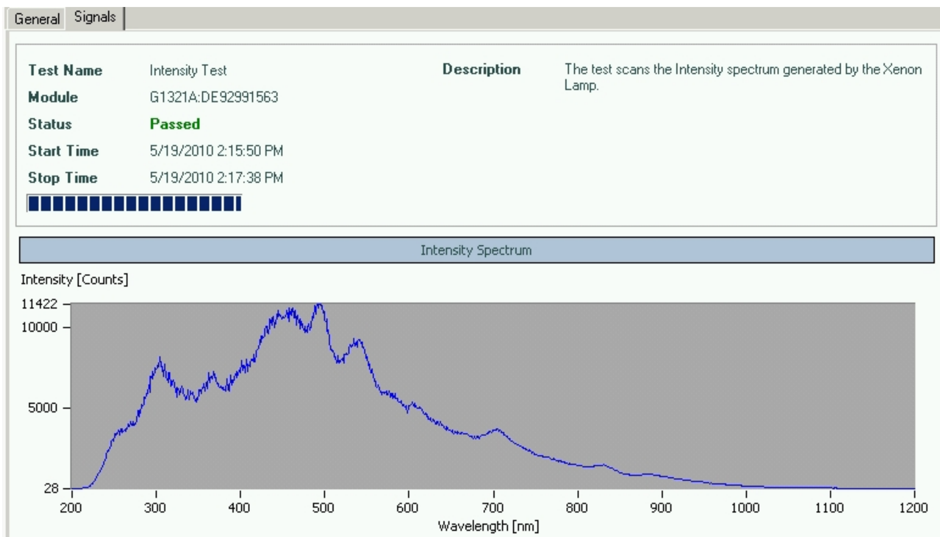


Abbildung 54 Lampenintensitätstest (Agilent Lab Advisor)

HINWEIS Das Profil ist von Gerät zu Gerät unterschiedlich. Dies hängt auch vom Alter der Lampe und dem Inhalt der Durchflusszelle ab (empfohlen wird frisches Wasser).

Besonders unterhalb von 250 nm tritt ein im Vergleich zum sichtbaren Licht höherer photochemischer Abbau von Substanzen auf. Die Voreinstellung **LAMP ON during run** oder die Betriebsart **economy mode** können die Lebensdauer der Lampe erheblich verlängern.

Historie der Lampenintensität

Aus dem Lampenintensitätstest werden die Intensitätsdaten bei den vier Wellenlängen 250 nm, 350 nm, 450 nm und 600 nm mit Datumscode in einem Zwischenspeicher abgelegt, wenn das letzte Testergebnis älter als eine Woche ist. Die Daten und eine Plotfunktion bieten eine Übersicht über die zeitliche Intensitätsentwicklung und können über die Wahl von „Diagnostics“ (Diagnose) aufgerufen werden.

Available tables:
Lamp Intensity History

Date	Reference Diode Counts at 250nm	Reference Diode Counts at 350nm	Reference Diode Counts at 450nm	Reference Diode Counts at 600nm
01/28/2013 14:15	2143	2994	7166	3150
12/17/2012 13:55	10	9	9	9
12/17/2012 13:55	9	9	11	10
12/17/2012 13:49	10	11	10	10
10/29/2012 16:48	388	2120	5776	2766
12/08/2011 10:39	88	1004	1227	935
12/06/2011 11:31	576	2155	5532	2679

Abbildung 55 Historie der Lampenintensität (Agilent Lab Advisor unter **Module Info**)

ASTM-Test des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses

Dieser Test verifiziert das Raman Signal-Rausch-Verhältnis gemäß ASTN der G1321 Fluoreszenzdetektoren.

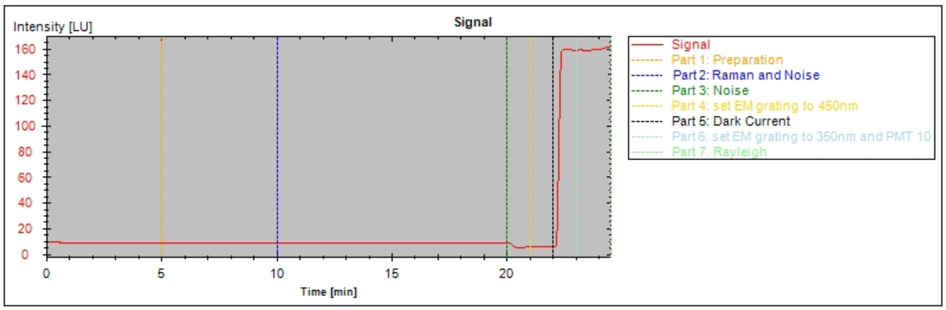


Abbildung 56 ASTM-Test des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses (Lab Advisor)

Die Spezifikationen wurden je nach Version des Detektors geändert.

Tabelle 23 Spezifikation ASTM-Test des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses

Gerät	SNR Spezifikation Raman / Dunkelstrom	SNR Spezifikation doppelte WL	Anmerkung
G1321C (1260)	500 / 3000		FLF-Platine ab Version D
G1321B (1260)	500 / 3000	300	FLF-Platine ab Version D
G1321A (1200)	500	300	FLF-Platine ab Version D
G1321A (1100)	400		FLF-Platine ab Version B
G1321A (1100)	200		FLF-Platine Version A

Bedingungen: Standardflusszelle (G1321-60005, G5615-60005), Fluss von 0,25 mL/min Wasser.

HINWEIS Die Werte für **Dark** und**Dual WL** sind lediglich zusätzliche Spezifikationen. Für die Standardgeräteprüfung wird nur der **Raman**-Wert verwendet.

HINWEIS Die spezifizierte Einzelwellenlänge bei Signalstrom kann mit dem Agilent Lab Advisor gemessen werden. Alle anderen (nicht für die Standardprüfung verwendeten) müssen manuell mit den Informationen aus Tabelle 26 auf Seite 167 und Tabelle 27 auf Seite 168festgelegt werden.

Tabelle 24 Bedingungen für den Test des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses

Dauer	ca. 23 Minuten
Standard-Durchflusszelle	G1321-60005, G5615-60005
Lösungsmittel	LC-reines Wasser, entgast
Flussrate	0,25 mL/min
Spezifikation (einzelne Wellenlänge bei Signalstrom)	>500 (entsprechend den Einstellungen in Tabelle 25 auf Seite 167)
Spezifikation (einzelne Wellenlänge bei Untergrund)	>3000 (entsprechend den Einstellungen in Tabelle 26 auf Seite 167)
Spezifikation (doppelte Wellenlänge)	>300 (entsprechend den Einstellungen in Tabelle 27 auf Seite 168)

Tabelle 25 Einstellungen für Spezifikationen mit einer einzelnen Wellenlänge (bei Signalstrom)

Zeit	EX	EM	PMT	Basislinie
0	350	397	12	Frei
20,30	350	450	12	Frei

Tabelle 26 Einstellungen für Spezifikationen mit einer einzelnen Wellenlänge (bei Untergrund)

Zeit	EX	EM	PMT	Basislinie
0	350	450	14	Frei
20,30	350	397	14	Frei

Tabelle 27 Einstellungen für Spezifikationen mit doppelter Wellenlänge (Multi-EM-Scan)

Zeit	EX	EM_A	EM_B	Spektren	Von	Bis	Schritt	PMT	Basis-linie	Spektrenan-passung
00,00	350	397	450	Keine	280	450	10	12	Frei	AUS
20,30	350	450	450	Keine	280	450	10	12	Frei	AUS

Formeln für den Raman ASTM S/N-Wert (für Details siehe Abbildung 57 auf Seite 168):

$$\text{SNR_Raman} = \frac{\text{mean_raman}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_raman}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 397)}$$

$$\text{SNR_Dark} = \frac{\text{mean_raman}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_background}\,(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}$$

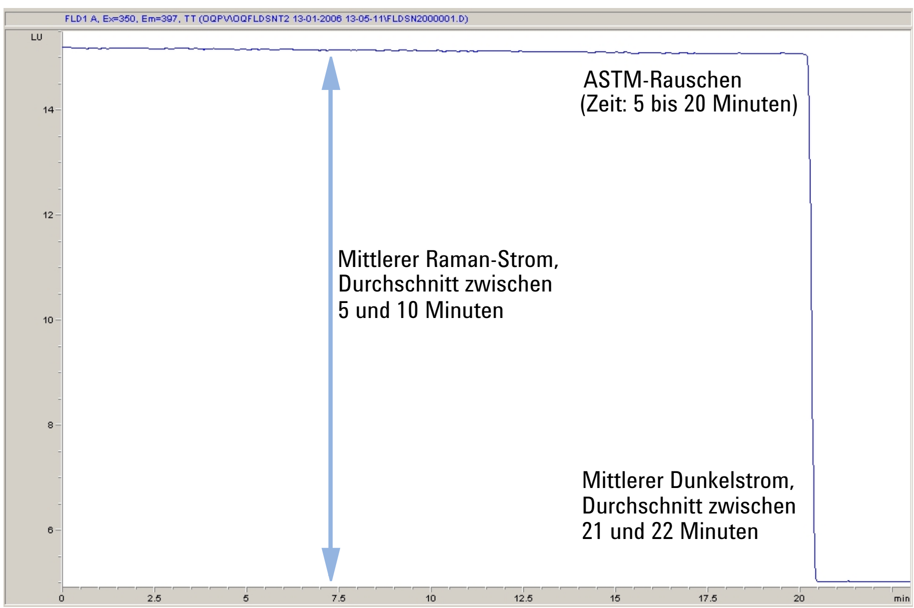


Abbildung 57 ASTM-Berechnung des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses

Verwendung der Agilent Lab Advisor-Software

1 Führen Sie ein Setup des HPLC-Systems und des Lab Advisors durch.
2 Spülen Sie die Durchflusszelle mit sauberem doppelt destilliertem Wasser.
3 Starten Sie den Test im Lab Advisor.

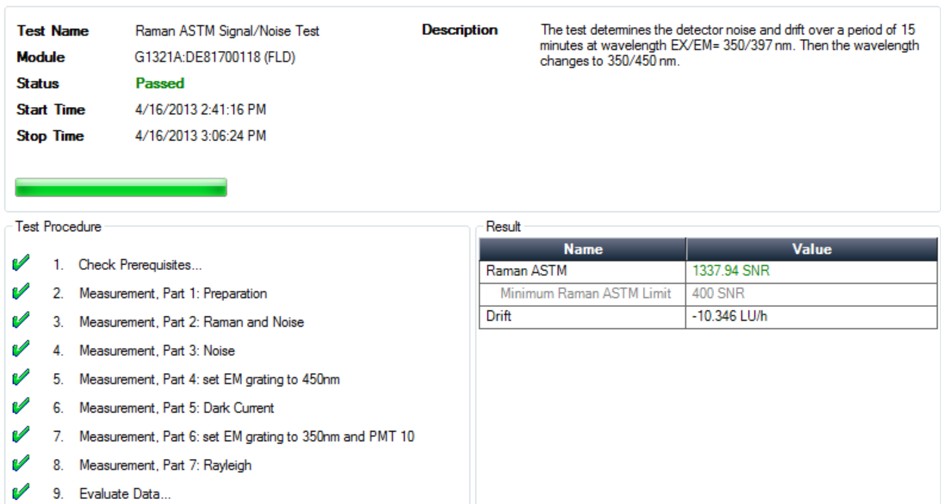


Abbildung 58 ASTM-Test des Raman Signal-Rausch-Verhältnisses (Agilent Lab Advisor)

Bei Nichtbestehen dieses Tests (wie vorstehend gezeigt) siehe “Interpretation der Ergebnisse” auf Seite 169.

Interpretation der Ergebnisse

Wenn der Test niedrige Raman-Werte liefert, überprüfen Sie Folgendes:

- ✔ Korrekte Position der Durchflusszelle
- ✔ Sauberkeit der Durchflusszelle (mit sauberem doppelt destilliertem Wasser spülen)
- ✔ Nichtvorhandensein von Luftblasen (über Fluoreszenzscan oder Sichtprüfung der Zelle/Küvette)
- ✔ Lösungsmittel-Ansaugfilter (erzeugt unter Umständen Luftblasen in der Durchflusszelle).

Verwendung des integrierten Testchromatogramms

Diese Funktion ist über Agilent ChemStation, Lab Advisor und Instant Pilot verfügbar.

Das integrierte Testchromatogramm kann verwendet werden, um den Signalweg vom Detektor zum Datensystem und zur Datenanalyse oder über den Analogausgang zum Integrator oder zum Datensystem zu überprüfen. Das Chromatogramm wird kontinuierlich wiederholt, bis ein Stopp erfolgt, entweder mittels einer eingegebenen Zeit oder manuell.

HINWEIS Die Peakhöhe ist immer die gleiche, jedoch hängen die Fläche und die Retentionszeit von der eingestellten Peakbreite ab; siehe nachstehendes Beispiel.

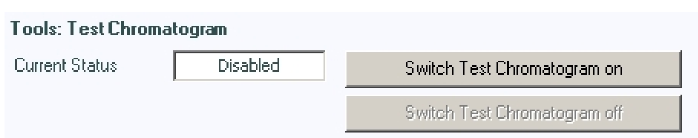
Verfahren unter Verwendung der Agilent Lab Advisor-Software

Dieses Verfahren kann mit allen Agilent 1200 Infinity Detektoren (DAD, MWD, VWD, FLD und RID) durchgeführt werden. Das Beispiel in der Abbildung stammt von einem RID-Detektor.

1 Vergewissern Sie sich, dass die LC-Standardmethode über die Steuerungssoftware geladen ist.

2 Starten Sie die Agilent Lab Advisor-Software (B.01.03 SP4 oder höher) und öffnen Sie die **Tools**-Auswahl des Detektors.

3 Rufen Sie den Bildschirm Testchromatogramm auf.



4 Schalten Sie das **Test Chromatogram** ein.

5 Wechseln Sie zum **Module Service Center** des Detektors und fügen Sie das Signal des Detektors zum Signaldiagrammfenster hinzu.

6 Zum Starten eines Testchromatogramms geben Sie Folgendes in die Befehlszeile ein: STRT

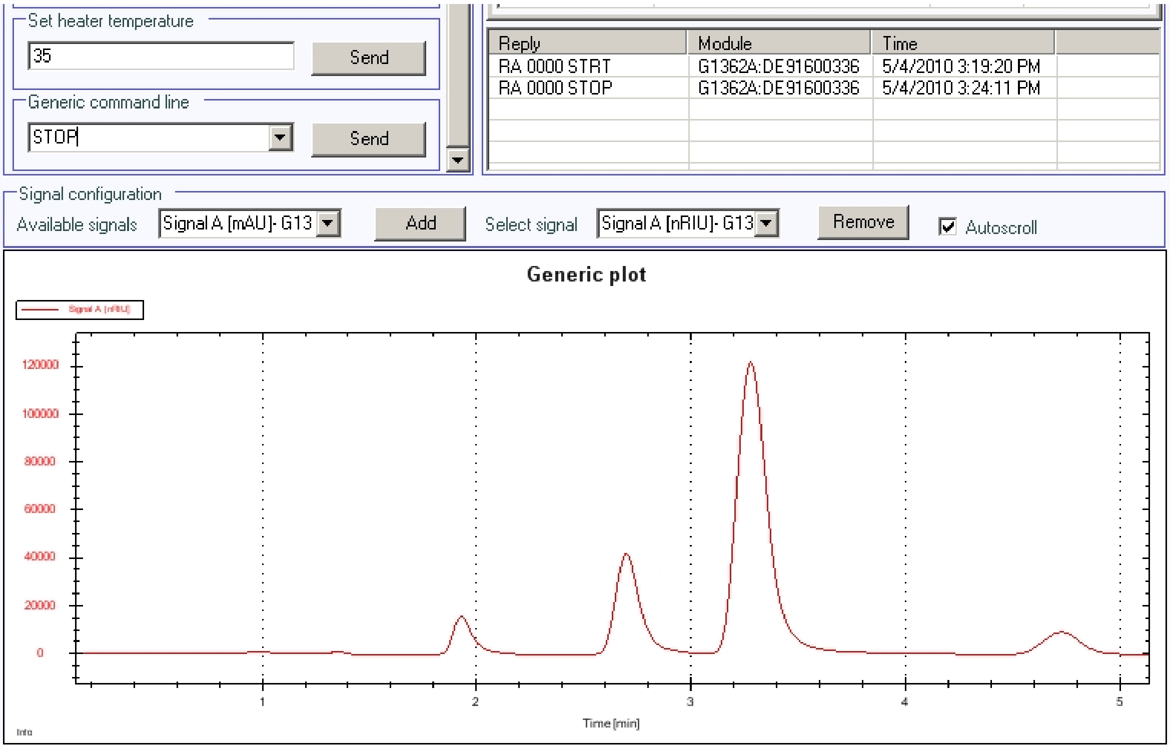


Abbildung 59 Testchromatogramm mit Agilent Lab Advisor

7 Zum Stoppen eines Testchromatogramms geben Sie Folgendes in die Befehlszeile ein: STOPP

HINWEIS Das Testchromatogramm wird am Ende eines Laufs automatisch ausgeschaltet.

Überprüfung und Kalibrierung der Wellenlänge

Zur Wellenlängenkalibrierung wird eine Glykogenlösung verwendet, die eine starke elastische Lichtstreuung bewirkt. Vergleichen Sie auch das ASTM-Testverfahren E388-72-1993 *„Spectral Bandwidth and Wavelength Accuracy of Fluorescence Spectrometers“ (Spektrale Bandbreite und Wellenlängengenauigkeit von Fluoreszenzspektrometern)*. Die Glykogenlösung wird in die Durchflusszelle eingebracht und dann wird die eingebaute Wellenlängenkalibrierfunktion ausgeführt.

Ein Algorithmus wertet die Lichtstreuung verschiedener Ordnungen aus und berechnet die Wellenlängenskalen des Anregungs- und des Emissionsmonochromators durch Anwendung der grundlegenden Gittergleichung.

HINWEIS

Nicht immer ist eine vollständige Wellenlängenkalibrierung notwendig. In den meisten Fällen ist eine schnelle Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit ausreichend, siehe Tabelle 28 auf Seite 172.

Tabelle 28 Gründe zur Durchführung einer Überprüfung oder Kalibrierung

	Überprüfung	Kalibrierung der Wellenlänge
Interesse	X	
GLP-Konformität	X	
Austausch der Zelle	X	(X)
Austausch der Lampe	X	(X)
Austausch des Monochromators		X
Austausch der Hauptplatine		X
Austausch der Optikeinheit		X

(X) nur erforderlich, wenn die Abweichung zu groß ist.

HINWEIS

Vor einer Wellenlängenkalibrierung sollte die Wellenlängengenauigkeit überprüft werden (siehe “Test der Wellenlängengenauigkeit” auf Seite 175). Beträgt die Abweichung mehr als ±3 nm, sollte die Wellenlängenkalibrierung so wie in “Wellenlängenkalibrierung” auf Seite 181 beschrieben durchgeführt werden.

HINWEIS Der Zeitbedarf für die Wellenlängenkalibrierung beträgt ca. 15 Minuten zuzüglich der Vorbereitungszeit für die Kalibrierprobe und das System. In Abhängigkeit von der bei diesem Scan gefundenen maximalen Intensität wird der PMT-Gain-Wert automatisch angepasst, was pro Scan eine weitere Minute in Anspruch nimmt.

Tabelle 29 auf Seite 174 zeigt die bei der Wellenlängenkalibrierung durchgeführten Schritte.

Die Anregungs- und Emissionsgitter werden mit Raleigh-Streulicht aus Durchflusszelle oder Küvette kalibriert, das in der Photomultiplierröhre gemessen wird.

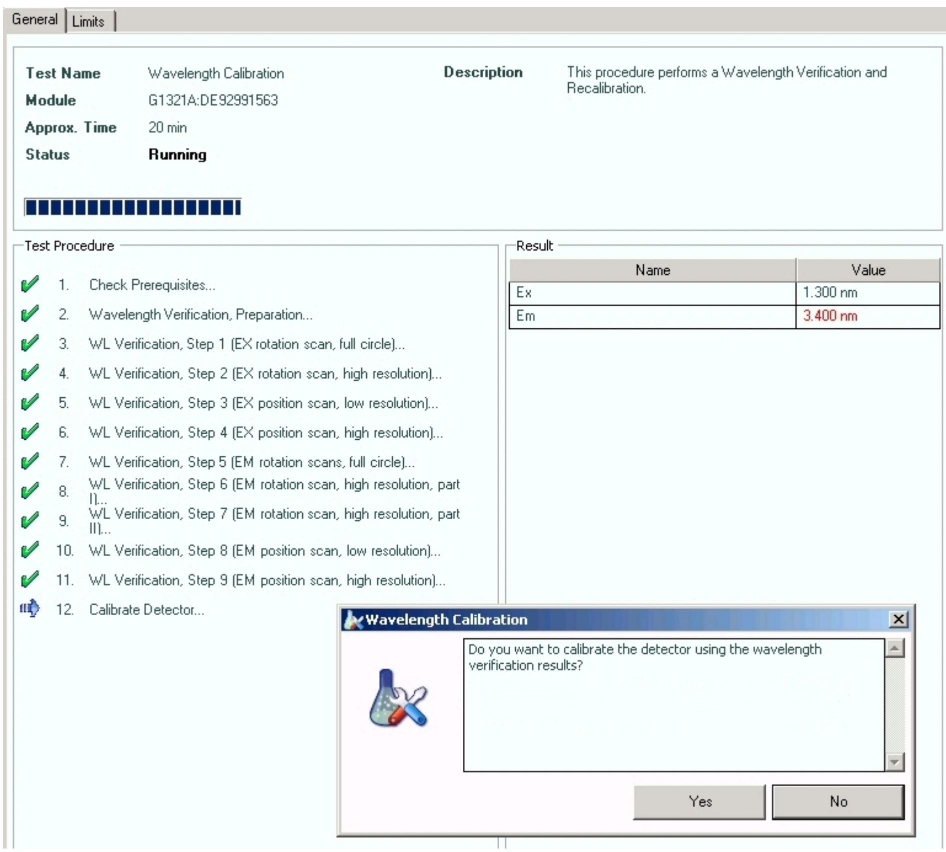


Abbildung 60 Kalibrierung der Wellenlänge (Agilent Lab Advisor)

Tabelle 29 Schritte zur Kalibrierung der Wellenlänge

Schritt	Beschreibung	Dauer
1	Vorbereitung	max. 30 s
2	Anregungsrotationsscan, 360°	60 s
3	Anregungsrotationsscan, hohe Auflösung	44 s
4	Anregungspositionsscan, niedrige Auflösung	55 s, variabel
5	Anregungspositionsscan, hohe Auflösung	260 s, variabel
6.n	Emissionsrotationsscan, 360° (Anzahl der Scans hängt von der erforderlichen PMT-Gain ab, 1 Minute pro Scan)	61 s, variabel
6.n	Emissionsrotationsscan, 360° (Geräteprofil)	9 s
6.n	Emissionsrotationsscan, 360° (Geräteprofil)	9 s
6.n	Emissionsrotationsscan, 360° (Geräteprofil)	9 s
6.n	Emissionsrotationsscan, 360° (Geräteprofil)	9 s
7	Emissionsrotationsscan, hohe Auflösung, Teil I	44 s
8	Emissionsrotationsscan, hohe Auflösung, Teil II	44 s
9	Emissionspositionsscan, niedrige Auflösung	50 s, variabel
10	Emissionspositionsscan, hohe Auflösung	250 s, variabel

HINWEIS

Variable Zeitangaben bedeuten, dass der Vorgang unter Umständen länger dauern kann.

Wenn die Lampe ausgeschaltet ist, wird die Kalibrierung während der ersten beiden Schritte mit dem Hinweis „Wavelength Calibration Failed“ (Fehler bei Wellenlängenkalibrierung) abgebrochen (siehe “Wavelength Calibration Failed” auf Seite 158).

Test der Wellenlängengenauigkeit

Verwendung der Agilent Lab Advisor-Software

1 Führen Sie ein Setup des HPLC-Systems und des Agilent Lab Advisors durch.
2 Spülen Sie die Durchflusszelle mit sauberem doppelt destilliertem Wasser.
3 Schalten Sie die FLD-Lampe ein.
4 Führen Sie den Test der Wellenlängengenauigkeit durch.
5 Der FLD wechselt in den Multi-Anregungsmodus mit einer Emissionswellenlänge von 397 nm und führt einen Scan im Bereich des erwarteten Maximums von 350 nm±20 nm durch.

   Das resultierende Maximum sollte bei 350 nm ±3 nm liegen, siehe Abbildung 61 auf Seite 175.

   Der FLD wechselt in den Multi-Emissionsmodus mit einer Anregungswellenlänge von 350 nm und führt einen Scan im Bereich des erwarteten Maximums von 397 nm±20 nm durch.

   Das resultierende Maximum sollte bei 397 nm ±3 nm liegen, siehe Abbildung 61 auf Seite 175.

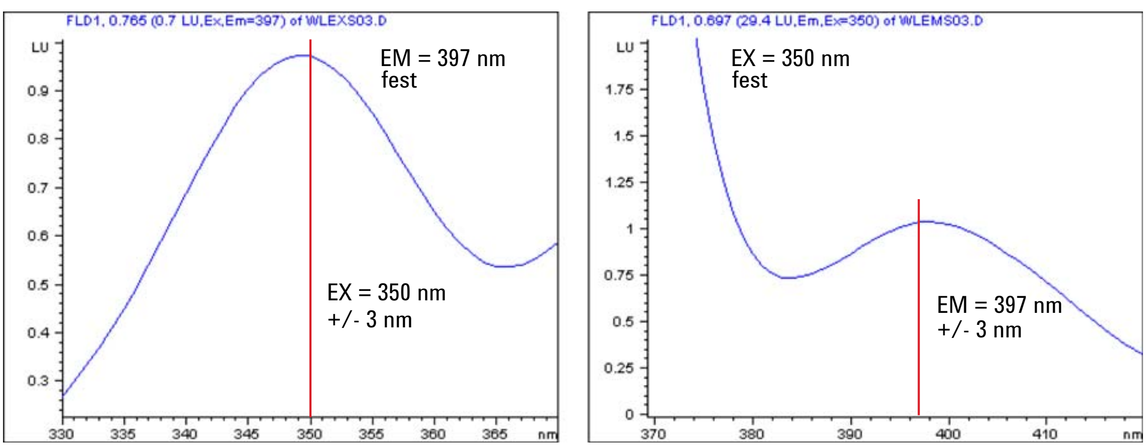


Abbildung 61 Anregungs- und Emissionsspektren (erwartete Ergebnisse)

HINWEIS Wenn die Plots kein Maximum bei etwa EX=397 nm und EX=350 nm (±3 nm) aufweisen, schlägt der Test fehl. Weitere Informationen finden Sie unter “Interpretation der Ergebnisse” auf Seite 177.

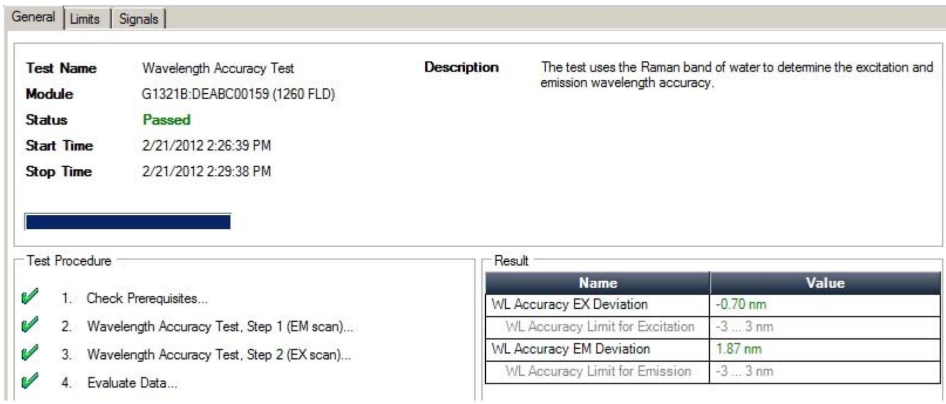


Abbildung 62 Test der Wellenlängengenauigkeit mit Lab Advisor

Wenn der Test nicht bestanden wird, muss das Maximum der EX- oder EM-Seite in der Registerkarte **Signals** kontrolliert werden.

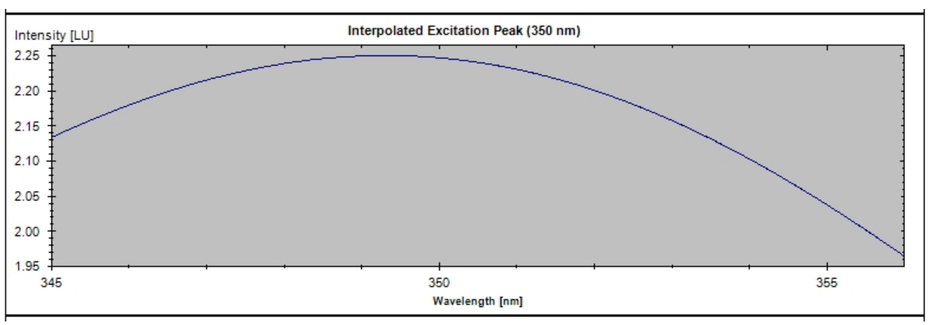


Abbildung 63 Beispiel guter EX-Maxima

Wenn die Plots kein Maximum bei etwa EM=397 nm und EX=350 nm (±3 nm) aufweisen, schlägt der Test fehl (siehe Abbildung unten). Weitere Informationen finden Sie unter “Interpretation der Ergebnisse” auf Seite 177.

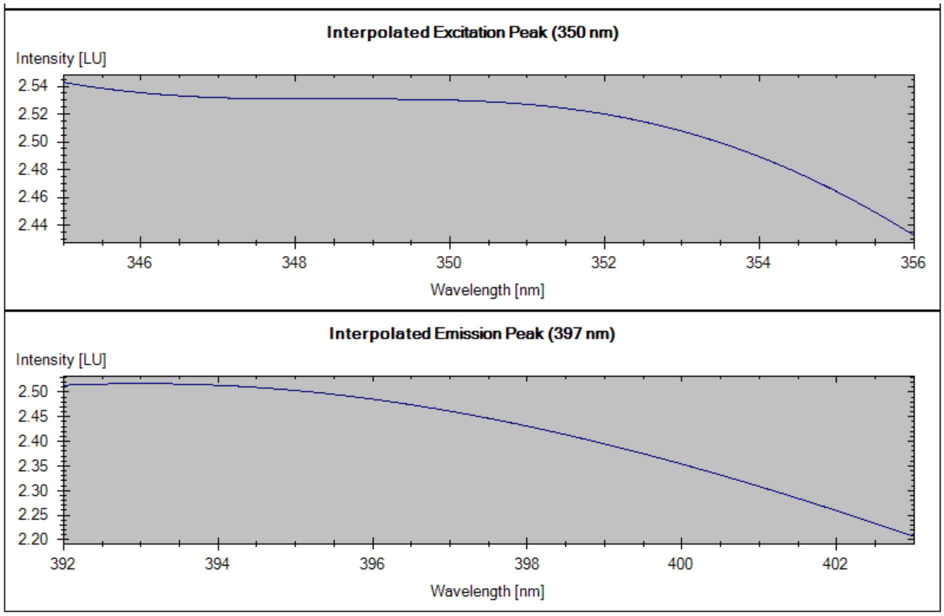


Abbildung 64 Beispiel schlechter EX/EM-Maxima (kein Maximum gefunden)

Interpretation der Ergebnisse

Wenn der Test fehlschlägt, überprüfen Sie Folgendes:

- ✔ Korrekte Position der Durchflusszelle
- ✔ Sauberkeit der Durchflusszelle (mit sauberem doppelt destilliertem Wasser spülen)
- ✔ Nichtvorhandensein von Luftblasen (über Fluoreszenzscan oder Sichtprüfung der Zelle/Küvette)
- ✔ Lösungsmittel-Ansaugfilter (erzeugt unter Umständen Luftblasen in der Durchflusszelle).
- ✔ Verunreinigung des Lichtwegs (Kundendienst)
- ✔ Ausrichtung der Lampe/Triggereinheit (Kundendienst)
- ✔ Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch.

Verwendung der Agilent ChemStation (manuell)

1 Erstellen Sie die Methoden WLEMTEST und WLEXTEST wie in Tabelle 30 auf Seite 178 aufgeführt.

Tabelle 30 Methodeneinstellungen

Einstellung	Überprüfung der EM WL 397 nm WLEMTEST	Überprüfung der EX WL 350 nm WLEXTEST
Peakbreite	>0,2 Min. (4 s, Standard)	>0,2 Min. (4 s, Standard)
Spektralbereichsanpassung	AUS	AUS
PMT-Gain	12	12
Blitzlampe	EIN	EIN
Spektrumbereich	EM 367 - 417 nm in Schritten von 1 nm	EX 330 - 380 nm in Schritten von 1 nm
Spektren speichern	Alle ohne Signal	Alle ohne Signal
EX Wellenlänge	350 nm, EIN	350 nm, AUS
EM Wellenlänge	397 nm, AUS	397 nm, EIN
Multi-WL-Einstellungen	Multi-EM	Multi-EX

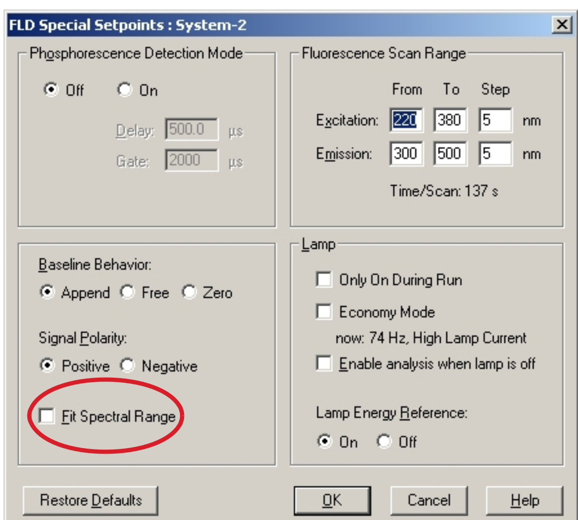


Abbildung 65 Spezielle Sollwert-Einstellungen

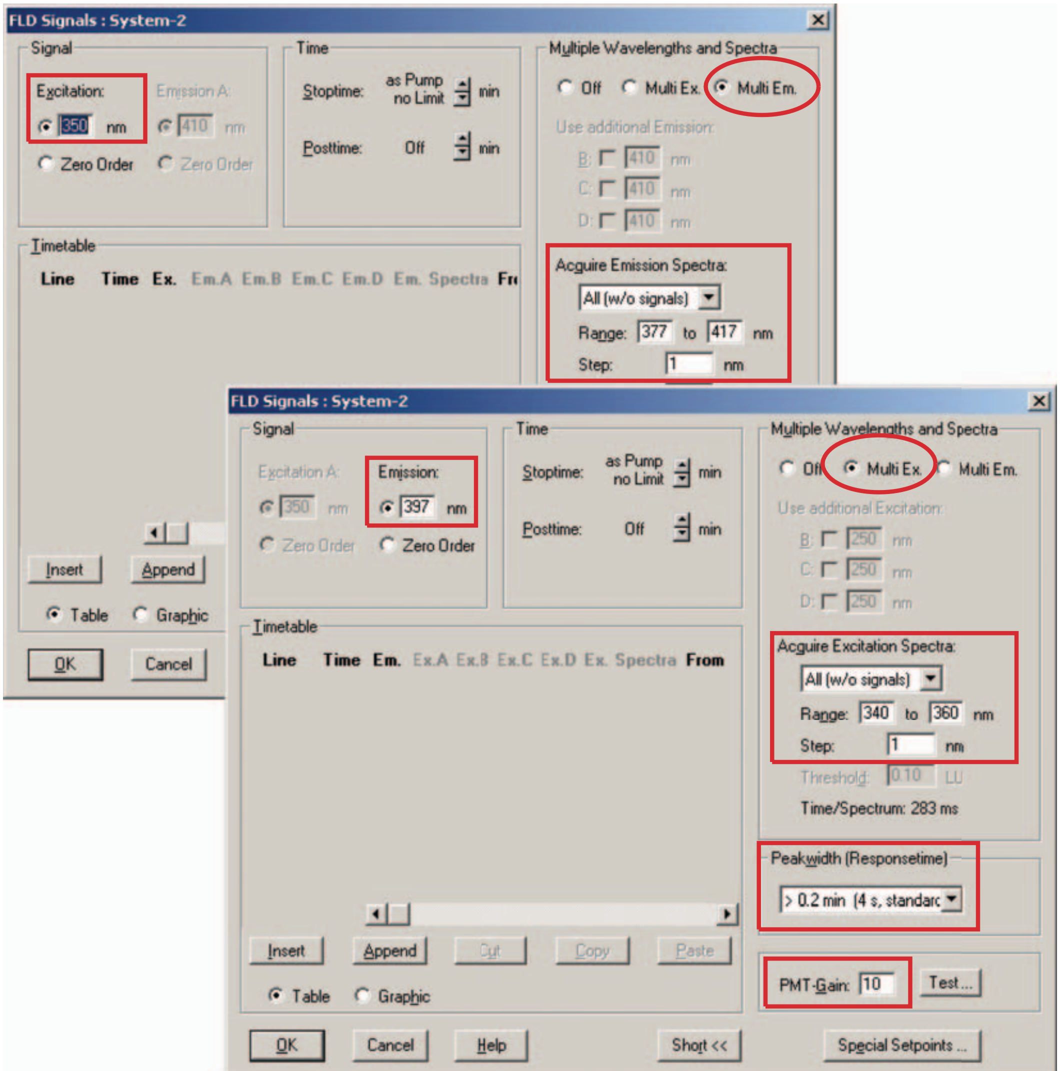


Abbildung 66 Einstellungen für EM/EX-Scan

2 Laden Sie die Methode **WLEXTEST**. Der FLD wechselt in den Multi-Emissionsmodus und führt einen Scan im Bereich des erwarteten Maximums von 397 nm ±20 nm durch.

3 Starten Sie die Pumpe und spülen Sie die Zelle einige Minuten lang mit Wasser, damit sie sauber ist. Die Flussrate sollte 0,5 bis 1 ml/Min. betragen und die Basislinie sollte stabil sein.

HINWEIS Sie können die Durchflusszelle herausnehmen und auf Luftblasen überprüfen. Setzen Sie die Zelle wieder ein und schalten Sie die Lampe ein.

4 Öffnen Sie den Plot mit den Online-Spektren und kontrollieren Sie das Maximum, wie in Abbildung 61 auf Seite 175 (links) gezeigt.

5 Laden Sie die Methode **WLEMTEST**. Der FLD wechselt in den Multi-Emissionsmodus und führt einen Scan im Bereich des erwarteten Maximums von 350 nm ± 20 nm durch.

6 Öffnen Sie den Plot mit den Online-Spektren und kontrollieren Sie das Maximum, wie in Abbildung 61 auf Seite 175 (rechts) gezeigt.

Wellenlängenkalibrierung

Wann erforderlich	Falls es die Anwendung verlangt, oder siehe Tabelle 29 auf Seite 174.

Erforderliche Werkzeuge

Beschreibung
Laborwaage

Erforderliche Teile

Best.-Nr.	**Beschreibung**
5063-6597	Kalibrierprobe, Glykogen
9301-1446	Spritze
9301-0407	Spritzennadel
5190-5111	Spritzenfilter, 0,45 µm, 100 St./Packung
0100-1516	PEEK Verschraubung, männlich, 2 St./Pck.

1. Vorbereiten der Glykogen-Kalibrierprobe.
   a. Zur Vorbereitung von 10 ml der Kalibrierlösung können Sie 10 mg der Glykogenprobe verwenden. Eine Abweichung von ± 20% ist nicht kritisch).
   b. Füllen Sie die vorbereitete Menge in eine geeignete Flasche bzw. Probenflasche.
   c. Füllen Sie 10 ml destillierten Wassers in das Gefäß und schütteln Sie es.
   d. Warten Sie 5 Minuten und schütteln Sie es erneut. Nach weiteren 10 Minuten ist die Lösung fertig.
2. Vorbereiten der Durchflusszelle
   a. Spülen Sie die Durchflusszelle mit Wasser.
   b. Entfernen Sie die Einlasskapillare von der Durchflusszelle.
   c. Nehmen Sie die Spritze und befestigen Sie die Nadel im Spritzenadapter.
   d. Nehmen Sie ca. 1,0 ml der Kalibrierprobe mit einer Spritze auf.
   e. Halten Sie die Spritze waagerecht.
   f. Entfernen Sie die Nadel.

g Setzen Sie den Filter auf die Spritze auf und stecken Sie die Nadel auf den Filter.

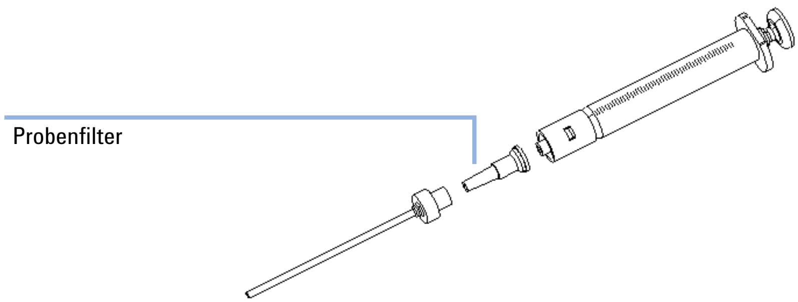


Abbildung 67 Spritze mit Probenfilter

h Heben Sie die Nadelspitze vorsichtig an und drücken Sie ca. 0,5m l aus der Spritze, um Luftblasen zu entfernen und die Nadel zu reinigen.

i Setzen Sie die PEEK-Verschraubung auf die Nadelspitze auf und befestigen Sie beides am Einlass der Durchflusszelle.

HINWEIS Injizieren Sie die Kalibrierprobe nicht ohne einen Probenfilter.

j Injizieren Sie langsam 0,2 ml und warten Sie ca. 10 Sekunden, bevor Sie weitere 0,1 ml injizieren. So wird sichergestellt, dass die Zelle richtig gefüllt ist.

3 Wellenlängenkalibrierung.

a Starten Sie die FLD-Wellenlängenkalibrierung über die Benutzeroberfläche (siehe Abbildung 70 auf Seite 184).

- Agilent Lab Advisor: **Calibrations**
- Agilent ChemStation: **Diagnosis > Maintenance > FLD Calibration**
- Instant Pilot (G4208A): **Maintenance > FLD > Calibration**

HINWEIS Wenn die Wellenlängenkalibrierung fehlschlägt, siehe “Wavelength Calibration Failed” auf Seite 158.

b Wird eine Abweichung angezeigt, drücken Sie **Yes** (Lab Advisor), um neue Werte anzupassen, oder auf **Adjust** und **OK** (ChemStation, siehe nächste Seite). Die Historientabelle wird aktualisiert.

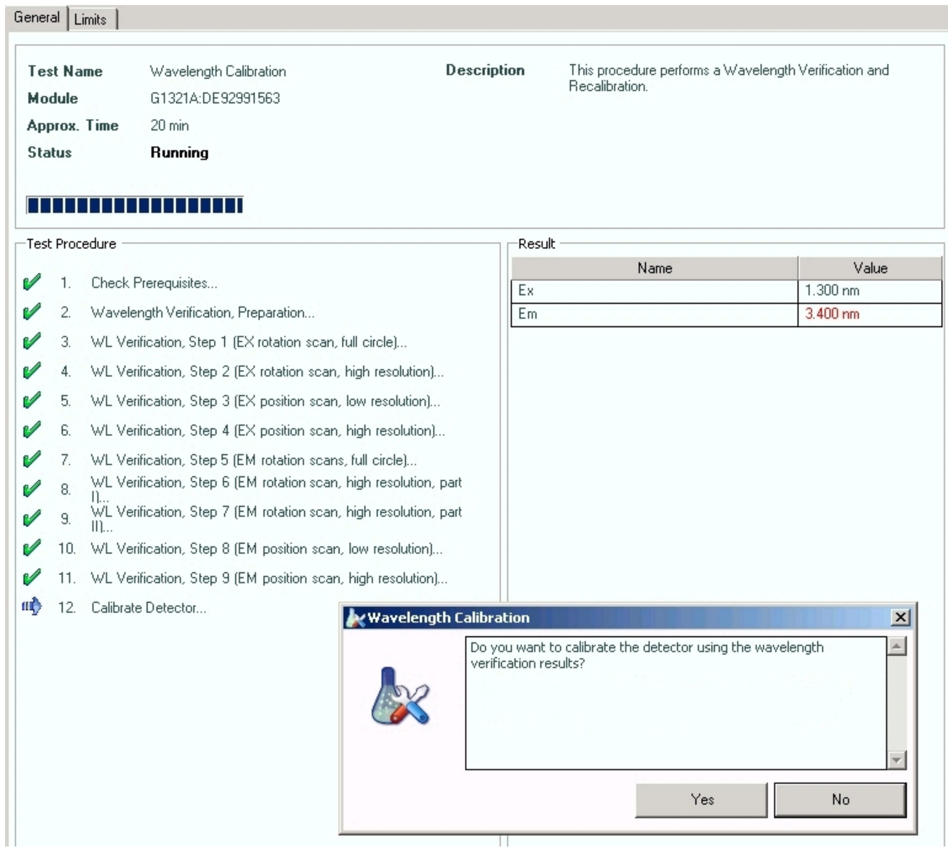


Abbildung 68 Kalibrierung der Wellenlänge (Agilent Lab Advisor)

WL Calibration History

Date	Deviation of Excitation	Deviation of Emission
02/11/2010 12:54	0.3	-1.6
02/09/2010 12:22	0.0	0.0
02/09/2010 11:48	13.2	12.5
10/20/2009 10:41	-2.2	0.5
07/21/2009 13:41	23.2	-1.1
07/21/2009 12:22	0.1	0.1
07/21/2009 11:31	-19.7	-6.6
08/25/2006 12:05	-0.2	0.2
01/09/2006 16:02	-0.2	-0.1
01/09/2006 15:30	0.6	0.8

Abbildung 69 Historie der Kalibrierung (Agilent Lab Advisor, unter Modulinformation)

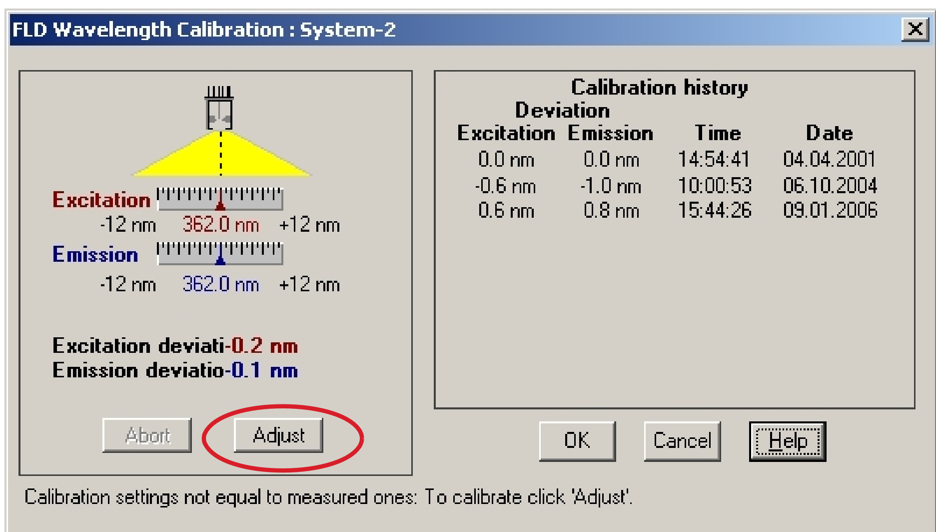


Abbildung 70 Kalibrierung der Wellenlänge (Agilent ChemStation)

HINWEIS Sie können die Historie auf der ChemStation einsehen, indem Sie eine Wellenlängenkalibrierung starten und sofort wieder abbrechen. Damit werden keine Änderungen an der Kalibrierung vorgenommen.

HINWEIS Spülen Sie die Durchflusszelle mit reinem Wasser mit einem Fluss von mindestens 1,5 ml/min, um Glykogenreste aus Zelle und Kapillaren zu spülen. Falls nicht gespült wird und anschließend ein organisches Lösungsmittel verwendet wird, können die Kapillaren verstopfen.

4 Verifizierung mit “Test der Wellenlängengenauigkeit” auf Seite 175.

   a Schließen Sie die Kapillare wieder an der Durchflusszelle an.

   b Gehen Sie vor wie in “Test der Wellenlängengenauigkeit” auf Seite 175 beschrieben.

9 Wartung

Dieses Kapitel bietet allgemeine Informationen zur Wartung des Detektors.

Einführung in die Wartung

Das Modul ist besonders wartungsfreundlich. Die Wartung kann von der Vorderseite aus, mit dem Modul im Systemturm durchgeführt werden.

HINWEIS Das Modul enthält keine Innenteile, die gewartet werden können.

Öffnen Sie das Modul nicht.

Warnungen und Vorsichtshinweise

WARNUNG

Giftige, entzündliche und gesundheitsgefährliche Lösungsmittel, Proben und Reagenzien

Der Umgang mit Lösungsmitteln, Proben und Reagenzien kann Gesundheits- und Sicherheitsrisiken bergen.

→ Beachten Sie bei der Handhabung dieser Substanzen die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. durch Tragen von Schutzbrille, Handschuhen und Schutzkleidung), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, und befolgen Sie eine gute Laborpraxis.

→ Das Volumen an Substanzen sollte auf das für die Analyse erforderliche Minimum reduziert werden.

→ Das Gerät darf nicht in einer explosionsgefährdeten Umgebung betrieben werden.

WARNUNG

Augenschäden durch Detektorlicht



Das Licht der UV-Lampe des optischen Systems in diesem Produkt kann bei direktem Blickkontakt zu Augenverletzungen führen.

→ Schalten Sie die Lampe des optischen Systems immer aus, bevor Sie diese entfernen.

WARNUNG

Stromschlag

Reparaturarbeiten am Modul können zu Personenschäden, z. B. einem Stromschlag, führen, wenn die Abdeckung geöffnet ist.

→ Nehmen Sie die Abdeckung des Moduls nicht ab.

→ Nur zertifizierte Personen sind befugt, Reparaturen im Innenbereich des Moduls durchzuführen.

WARNUNG

Personenschäden oder Schäden am Produkt

Agilent ist weder ganz noch teilweise für Schäden verantwortlich, die durch unsachgemäße Verwendung, unbefugte Änderungen, Anpassungen oder Modifikationen der Produkte, Nichteinhaltung der in den Benutzerhandbüchern von Agilent beschriebenen Verfahren oder die unrechtmäßige Nutzung der Produkte entstehen.

➔ Produkte von Agilent dürfen nur gemäß der in den produktspezifischen Benutzerhandbüchern von Agilent beschriebenen Art und Weise verwendet werden.

VORSICHT

Sicherheitsstandards für externe Geräte

➔ Wenn Sie externe Geräte an das System anschließen, stellen Sie sicher, dass diese gemäß den für die Art von externem Gerät geltenden Sicherheitsstandards getestet und zugelassen wurden.

Überblick über die Wartung

Auf den folgenden Seiten werden Wartungsarbeiten (einfache Reparaturen) beschrieben, die am Detektor vorgenommen werden können, ohne dass das Gehäuse geöffnet werden muss.

Tabelle 31 Einfache Reparaturarbeiten

Verfahren	Häufigkeit	Hinweis
Austausch der Durchflusszelle	Bei einem Defekt oder wenn eine Applikation den Austausch erfordert.	Vollständige Einheit Eine Überprüfung der Wellenlängenkalibrierung sollte nach dem Austausch durchgeführt werden. Nach Aus- und Einbau der Durchflusszelle wird eine schnelle Überprüfung der Kalibrierung durchgeführt. Nur im Falle eines Versagens muss eine Rekalibrierung der Wellenlängen gemäß “Überprüfung und Kalibrierung der Wellenlänge” auf Seite 172 durchgeführt werden.
Spülen der Durchflusszelle	Falls die Durchflusszelle verunreinigt ist.	
Trocknen des Lecksensors	Bei Auftreten einer Leckage.	Prüfen Sie auf Leckagen.
Austausch des Leckagesystems	Wenn Teile gebrochen oder korrodiert sind.	Prüfen Sie auf Leckagen.

Reinigen des Moduls

Die Reinigung des Modulgehäuses sollte mit einem weichen, mit Wasser oder einer milden Spülmittellösung angefeuchteten Tuch erfolgen.

WARNUNG

In die Elektronik des Moduls tropfende Flüssigkeit kann zu einem Stromschlag führen und das Modul beschädigen

→ Verwenden Sie für die Reinigung kein übermäßig nasses Tuch.

→ Vor dem Öffnen von Verschraubungen im Flüssigkeitsweg müssen daher alle Lösungsmittelleitungen entleert werden.

Austausch einer Durchflusszelle

BIO inert — Verwenden Sie für bioinerte Module ausschließlich bioinerte Teile!

Wann erforderlich Wenn für eine Applikation eine andere Durchflusszelle erforderlich ist oder bei einem Defekt (Leck).

Erforderliche Werkzeuge

Beschreibung
Gabelschlüssel, 1/4 inch für Kapillarenverbindungen

Erforderliche Teile

Anzahl	Best.-Nr.	Beschreibung
1	G1321-60005	Durchflusszelle, 8 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
1	G1321-60015	Durchflusszelle, 4 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
1	G5615-60005	Bioinerte Flusszelle, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) einschließlich Kapillarenset Flusszellen BIO (Best.-Nr. G5615-68755)
1	G1321-60007	FLD Küvetten-Satz, 8 µL, 20 bar

Vorbereitungen Schalten Sie den Lösungsmittelfluss ab.

VORSICHT

Probenzersetzung und Verunreinigung des Geräts

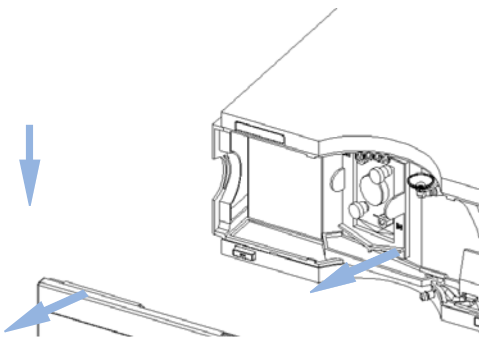
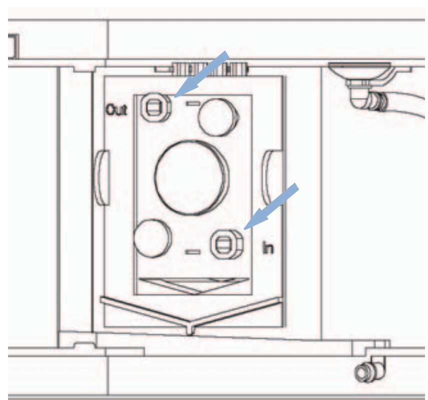
Metallteile auf dem Flussweg können mit den Biomolekülen in der Probe in Wechselwirkung treten, was zu Probenzersetzung und Verunreinigung führt.

→ Verwenden Sie für bioinerte Anwendungen immer spezielle bioinerte Teile, die anhand des Bioinert-Symbols oder anderer in diesem Handbuch beschriebener Kennzeichen identifiziert werden können.

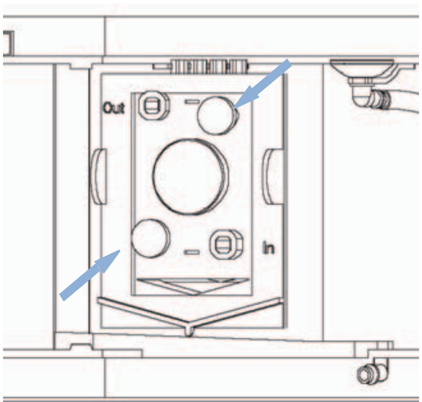
→ Mischen Sie in einem bioinerten System niemals bioinerte und nicht-bioinerte Module oder Teile.

HINWEIS Verbinden Sie NICHT die Einlasskapillare mit der Auslassverbindung der Durchflusszelle. Dies führt zu schlechten Leistungswerten.

HINWEIS Wenn die Durchflusszelle eine Zeit lang nicht benutzt wird (Lagerung), spülen Sie sie mit Isopropanol und verschließen Sie die Zelle mit. Schraubenstopfen - Verschraubung (0100-1259).

1 Drücken Sie die Schnappverschlüsse und entfernen Sie die Frontplatte, um an den Bereich der Durchflusszelle zu gelangen. 	**2** Trennen Sie die Kapillaren von der Durchflusszelle. 

3 Lösen Sie die Schrauben und nehmen Sie die Durchflusszelle heraus.

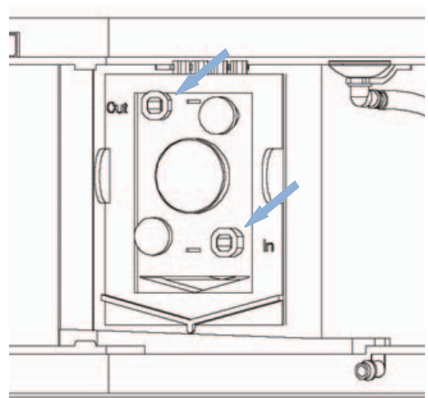


HINWEIS

Ein Etikett auf der Durchflusszelle enthält die Bestellnummer, Zellenvolumen und maximale Druckfestigkeit. Der Zellentyp wird automatisch erkannt.

Die Durchflusszelle enthält keine austauschbaren Teile. Im Falle eines Defektes (Leck) muss die Durchflusszelle vollständig ausgetauscht werden.

4 Setzen Sie die Durchflusszelle ein und ziehen Sie die beiden Klemmschrauben fest. Schließen Sie die Kapillaren an der Durchflusszelle wieder an. Verbinden Sie NICHT die Einlasskapillare mit der Auslassverbindung der Durchflusszelle. Dies führt zu schlechten Leistungswerten oder Schäden.



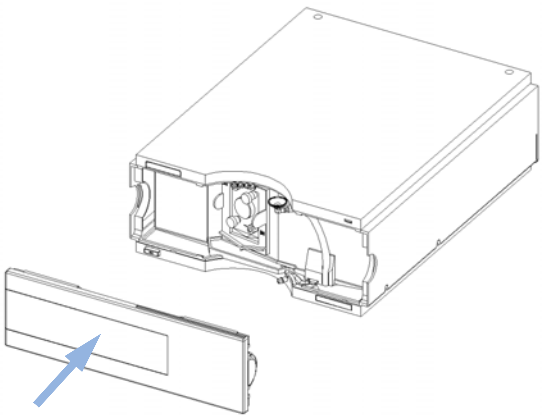
HINWEIS

Falls ein weiterer Detektor installiert wird, muss dieser vor dem Fluoreszenzdetektor angeordnet werden. Die Ausnahme bilden Detektoren, die die Probe verdampfen, wie z. B. ein LC-MSD. Andernfalls kann der vom anderen Detektor erzeugte Gegendruck zur Überlastung der Durchflusszelle und einem Defekt daran führen. Die maximale Druckfestigkeit beträgt 20 bar (2 MPa).

Verwenden Sie ausschließlich die Auslasskapillare aus dem Zubehör-Kit.

HINWEIS

Prüfen Sie auf Leckagen, indem Sie Flüssigkeit durch den Detektor pumpen und die Durchflusszelle (außerhalb des Durchflusszellenraums) und alle Kapillaranschlüsse beobachten.

5 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.  **HINWEIS** Führen Sie zur Überprüfung der korrekten Einbauposition der Durchflusszelle eine Wellenlängenüberprüfung gemäß Kapitel “Überprüfung und Kalibrierung der Wellenlänge” auf Seite 172 durch.	

Verwendung der Küvette

Die Küvette wird für Offline-Messungen, die kein Durchflusssystem erfordern, eingesetzt. Es handelt sich um eine folgendermaßen modifizierte Standardzelle:

- Kapillarverbindungen großen Durchmessers für einfachere Injektionen per Spritze.
- Identifikationslasche für das automatische Erkennungssystem.

1 Installieren Sie die Küvette anstelle der Standard-Durchflusszelle.
2 Schließen Sie den Abflussschlauch am Auslass der Küvette an.
3 Verwenden Sie die Spritze (siehe “Küvettensatz” auf Seite 207) zur Injektion Ihrer Substanz.
4 Wählen Sie unter „Special Setpoints“ (Spezielle Sollwerte) die Parameter für einen Fluoreszenzscan.
5 Wählen Sie in der Benutzeroberfläche „Take Fluorescence Scan“ (Fluoreszenzscan durchführen), um eine Offline-Messung zu starten.

Spülen der Durchflusszelle

Wann erforderlich	Falls die Durchflusszelle kontaminiert ist	
Erforderliche Werkzeuge	**Beschreibung**	
	Glasspritze	
	Adapter	
Erforderliche Teile	**Anzahl**	**Beschreibung**
	1	Bidestilliertes Wasser, Salpetersäure (65 %), Abflussschläuche

WARNUNG

Gefährliche Konzentration von Salpetersäure

Das Spülen mit Salpetersäure führt bei stark verunreinigten Zellen nicht immer zum Erfolg. Es ist vielmehr als letzte Möglichkeit der Zellreinigung vor einem Austausch der Zelle gedacht. Bitte beachten Sie, dass die Zelle als Verbrauchsmaterial anzusehen ist.

→ Beachten Sie alle Sicherheitsmaßnahmen.

HINWEIS

Wässrige Lösungen in der Durchflusszelle können zu Algenwachstum führen. Algen produzieren Fluoreszenz. Belassen Sie daher keine wässrigen Lösungen für einen längeren Zeitraum in Ihrer Durchflusszelle. Fügen Sie einen geringen Prozentsatz organischer Lösungsmittel hinzu (z. B. ~5 % Acetonitril oder Methanol).

1 Spülen Sie mit bidestilliertem Wasser.
2 Spülen Sie unter Verwendung einer Glasspritze mit Salpetersäure (65 %).
3 Belassen Sie diese Lösung für ca. eine Stunde in der Zelle.
4 Spülen Sie mit bidestilliertem Wasser.

HINWEIS

Überschreiten Sie die Druckgrenze von 20 bar (0,2 MPa) nicht.

Beseitigen von Leckagen

Wann erforderlich	Wenn der Bereich der Durchflusszelle oder die Kapillarverbindungen undicht sind.
Erforderliche Werkzeuge	**Beschreibung**
	Zellstofftuch
	Gabelschlüssel, 1/4 inch für Kapillarenverbindungen

1 Nehmen Sie die Frontplatte ab.
2 Trocknen Sie mit einem Tuch den Bereich des Leckagesensors und den Leckageüberlauf.
3 Achten Sie bei den Kapillaranschlüssen und im Bereich der Durchflusszelle auf Leckagen und beheben Sie diese gegebenenfalls.
4 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.

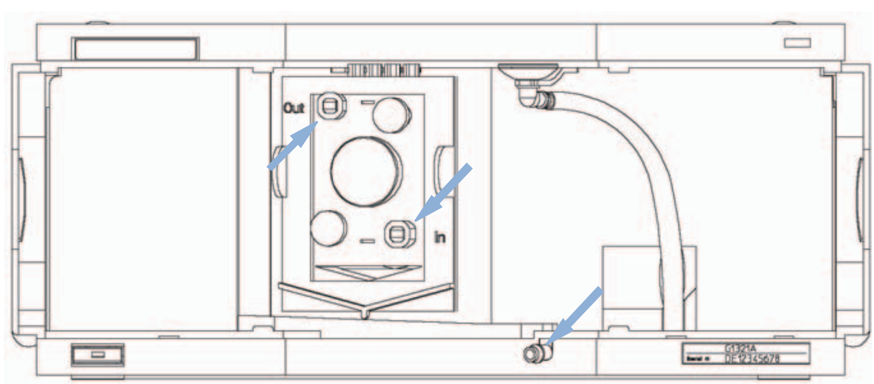


Abbildung 71 Suche nach Leckagen

Austausch von Teilen des Leckagesystems

Wann erforderlich	Wenn die Teile korrodiert oder gebrochen sind		
Erforderliche Teile	**Anzahl**	**Best.-Nr.**	**Beschreibung**
	1	5041-8388	Leckagetrichter
	1	5041-8389	Leckagetrichterhalterung
	1	5042-9974	Leckageleitung (1,5 m, 120 mm erforderlich)

1 Nehmen Sie die Frontplatte ab.
2 Ziehen Sie den Leckagetrichter aus seiner Halterung.
3 Ziehen Sie den Leckagetrichter mit der Leitung heraus.
4 Setzen Sie den Leckagetrichter mit der Leitung in seine Position.
5 Befestigen Sie den Leckagetrichter an seiner Halterung.
6 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.

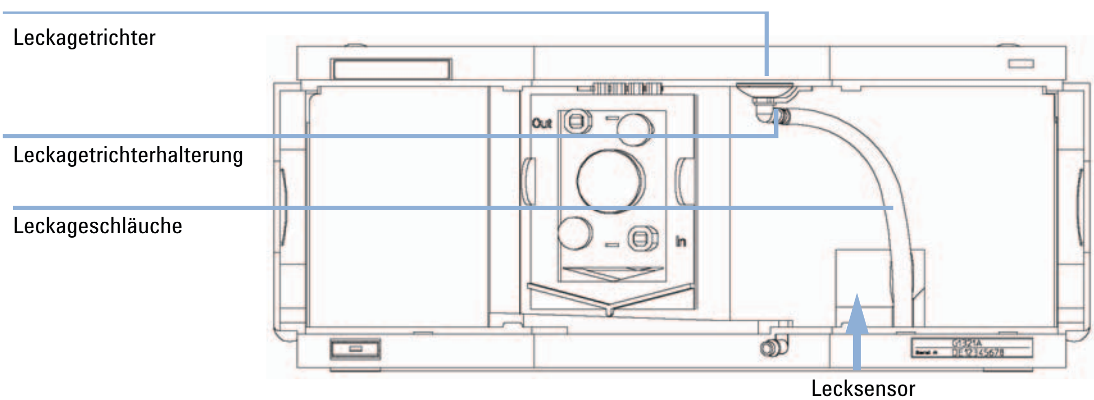


Abbildung 72 Austausch von Teilen des Leckagesystems

Austausch der Schnittstellenkarte

Wann erforderlich	Für sämtliche Reparaturen im Inneren des Detektors oder zur Installation der Platine		
Erforderliche Teile	**Anzahl**	**Best.-Nr.**	**Beschreibung**
	1	G1351-68701	Schnittstellenplatine (BCD) mit externen Kontakten und BCD-Ausgang
	1	G1369B oder G1369-60002	Schnittstellenplatine (LAN)
Oder	1	G1369C oder G1369-60012	Schnittstellenkarte (LAN)

1 Um die Schnittstellenkarte auszutauschen, lösen Sie die zwei Schrauben, entfernen Sie die Karte, setzen Sie die neue Schnittstellenkarte ein und befestigen Sie sie mit den zugehörigen Schrauben.

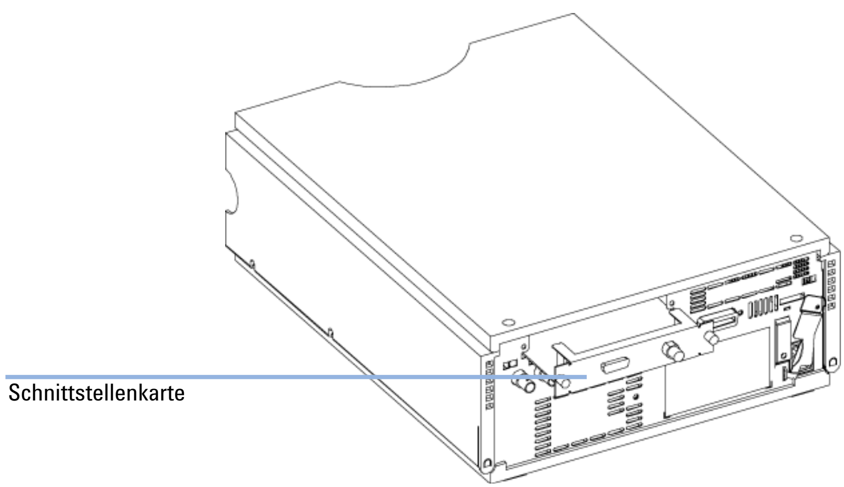


Abbildung 73 Position der Schnittstellenkarte

Austauschen der Modul-Firmware

Wann erforderlich

Die Installation neuerer Firmware kann notwendig sein:

- wenn eine neue Version Probleme der aktuell installierten Version behebt, oder
- um auf allen Systemen dieselbe (validierte) Version zu nutzen.

Die Installation älterer Firmware kann notwendig sein:

- um auf allen Systemen dieselbe (validierte) Version zu nutzen, oder
- wenn ein neueres Modul mit einer neueren Version in das System eingefügt wird, oder
- wenn die Steuerungssoftware anderer Hersteller nur mit bestimmten Versionen kompatibel ist.

Erforderliche Werkzeuge	Beschreibung
	LAN/RS-232 Update-Tool für die Firmware
Oder	Agilent Lab Advisor-Software
Oder	Instant Pilot G4208A (nur, wenn vom Modul unterstützt)

Erforderliche Teile

Anzahl	Beschreibung
1	Firmware, Tools und Dokumentationen von der Agilent Website

Vorbereitungen

Weitere Informationen finden Sie in der Dokumentation, die im Lieferumfang des Update-Tools für die Firmware enthalten ist.

Führen Sie zur Änderung der Firmware des Moduls folgende Schritte aus:

1 Laden Sie die erforderliche Firmware, das neuste LAN/RS-232 FW Update Tool und die Dokumentation von der Agilent Website.

- http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761

2 Zum Laden der Firmware auf das Modul befolgen Sie bitte die in der Dokumentation enthaltenen Anweisungen.

Modulspezifische Informationen

Es sind keine spezifischen Informationen für dieses Modul vorhanden.

Tests und Kalibrierungen

Nach einer Wartung der Lampen und Durchflusszellen müssen folgende Tests durchgeführt werden:

- “Test der Lampenintensität” auf Seite 164.
- “Überprüfung und Kalibrierung der Wellenlänge” auf Seite 172

10 Wartungzubehör

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Ersatzteilen.

Überblick über die Ersatzteile

Best.-Nr.		Beschreibung
	G1321-60005	Durchflusszelle, 8 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
Oder	G1321-60015	Durchflusszelle, 4 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5) erfordert eine Kapillare mit 0,12 mm Innendurchmesser (z. B. p/n G1316-87318, 300 mm lang), Teil des Kapillarensets für 0,12 mm Innendurchmesser (p/n G1316-68716)
Oder	G5615-60005	Bioinerte Flusszelle, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) einschließlich Kapillarenset Flusszellen BIO (Best.-Nr. G5615-68755)
	G5615-68755	Kapillarenset Durchflusszellen BIO einschließlich PK-Kapillare 0,18 mm x 1,5 m und PEEK-Verschraubungen 10 St./Packung (p/n 5063-6591)
	G1321-60007	FLD Küvetten-Satz, 8 µL, 20 bar
	9301-0407	Spritzennadel
	9301-1446	Spritze
	5067-4691	Gerätevorderseite DAD/VWD/FLD (1260/1290)
	5041-8388	Leckagetrichter
	5041-8389	Leckagetrichter
	5041-8387	Leitungsschelle
	5062-2463	Gewellter Schlauch, PP, 6,5 mm Innendurchmesser, 5 m
	5062-2462	Schlauch PTFE 0,8 mm x 2 m, Nachbestellung 5 m
	5181-1516	CAN-Kabel, Modul zu Modul, 0,5 m
	5181-1519	CAN-Kabel, Modul zu Modul 1 m
	G1369B oder G1369-60002	Schnittstellenplatine (LAN)
	5023-0203	Ausgekreuztes Netzwerkkabel, abgeschirmt, 3 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)
	5023-0202	Twisted Pair-Netzwerkkabel, abgeschirmt, 7 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)
	01046-60105	Agilent Modul für Universalanschluss (analog)
	G1351-68701	Schnittstellenplatine (BCD) mit externen Kontakten und BCD-Ausgang

Ersatzteile für die Wellenlängenkalibrierung finden Sie unter "Standard-Zubehörkit" auf Seite 208.

Küvettensatz

Best.-Nr.	Beschreibung
G1321-60007	FLD Küvetten-Satz, 8 µL, 20 bar einschließlich:
5062-2462	Schlauch PTFE 0,8 mm x 2 m, Nachbestellung 5 m
79814-22406	ST-Anschluss
0100-0043	ST-Ferrule vorne
0100-0044	ST-Ferrule hinten
0100-1516	PEEK Verschraubung, männlich, 2 St./Pck.
9301-0407	Spritzennadel
9301-1446	Spritze

Zubehörset

Standard-Zubehörkit

Zubehörkit (G1321-68755) enthält Zubehörteile und Werkzeuge, die für die Installation, Reparatur und Kalibrierung des Detektors benötigt werden.

Nr.	Best.-Nr.	Beschreibung
1	5062-2462	Schlauch PTFE 0,8 mm x 2 m, Nachbestellung 5 m
2	0100-1516	PEEK Verschraubung, männlich, 2 St./Pck.
3	G1315-87311	Kapillare ST 0,17 mm x 380 mm S/S Säule zu Detektor (einschließlich ST-Ferrule vorne, ST-Ferrule hinten und ST-Verschraubung).
4	0100-0043	ST-Ferrule vorne
5	0100-0044	ST-Ferrule hinten
6	79814-22406	ST-Anschluss

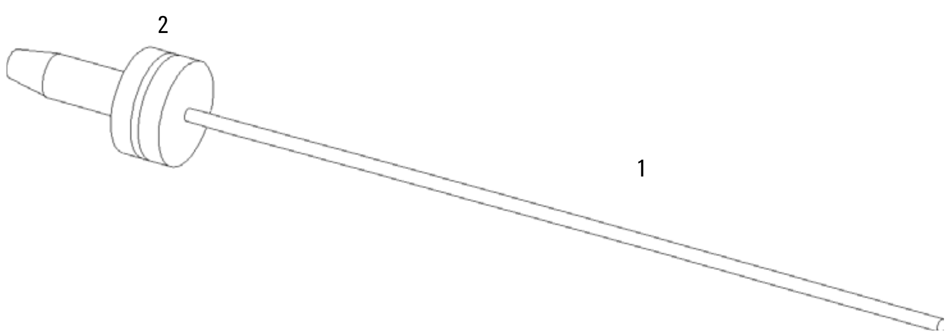


Abbildung 74 Teile der Abflussleitung

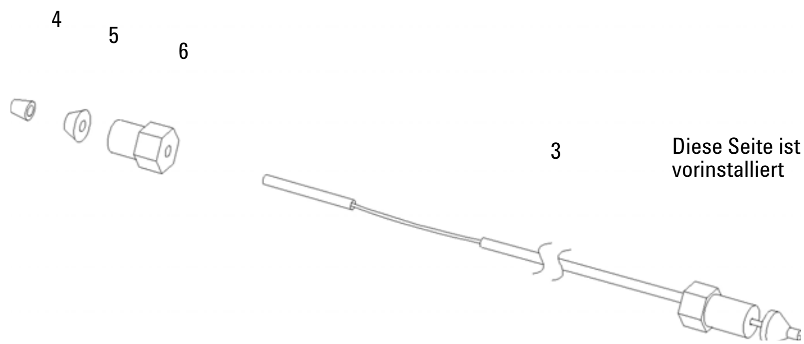


Abbildung 75 Teile der Einlasskapillare (Säule an Detektor)

Kapillarenset Durchflusszellen BIO

Kapillarenset Durchflusszellen BIO einschließlich PK-Kapillare 0.18 mm x 1.5 m und PEEK-Verschraubungen 10 St./Packung (p/n 5063-6591) (G5615-68755) umfasst:

Best.-Nr.	Beschreibung
0890-1763	Kapillare PK 0,18 mm x 1,5 m
5063-6591	PEEK Verschraubungen 10 St./Packung

11 Anschlusskabel

Dieses Kapitel enthält Informationen zu den Kabeln, die bei Agilent 1200 Infinity-Modulen verwendet werden.

Kabelübersicht

HINWEIS Verwenden Sie niemals andere Kabel als die die von Agilent Technologies mitgeliefert wurden um eine gute Funktionalität und EMC-gemäße Sicherheitsbestimmungen zu gewährleisten.

Analogkabel

Best.-Nr.	Beschreibung
35900-60750	Steckverbindung, Agilent Modul zu 3394/6-Integratoren
35900-60750	Agilent 35900A A/D-Wandler
01046-60105	Analogkabel (BNC zu Universalanschluss, Kabelschuhe)

Remote-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
03394-60600	Steckverbindung, Agilent Modul zu 3396A (Serie I)-Integratoren
	3396 Serie II / 3395A-Integrator, siehe Details in Abschnitt "Remote-Kabel" auf Seite 216
03396-61010	Steckverbindung, Agilent Modul zu 3396 (Serie III)-/3395B-Integratoren
5061-3378	Remote-Kabel
01046-60201	Steckverbindung Agilent Modul - Universalanschluss

BCD-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
03396-60560	Steckverbindung, Agilent Modul zu 3396-Integratoren
G1351-81600	Steckverbindung Agilent Modul - Universalanschluss

CAN-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
5181-1516	CAN-Kabel, Modul zu Modul, 0,5 m
5181-1519	CAN-Kabel, Modul zu Modul 1 m

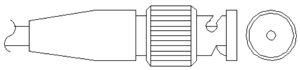
LAN-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
5023-0203	Ausgekreuztes Netzwerkkabel, abgeschirmt, 3 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)
5023-0202	Twisted Pair-Netzwerkkabel, abgeschirmt, 7 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)

RS-232 Kabel

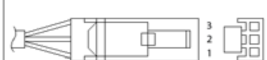
Best.-Nr.	Beschreibung
G1530-60600	RS-232 Kabel, 2 m
RS232-61601	RS-232-Kabel, 2,5 m Gerät zu PC, 9x9-Pin-Buchse. Dieses Kabel hat eine spezielle Pinbelegung und kann nicht zum Anschließen von Druckern und Plottern verwendet werden. Es wird auch als „Nullmodemkabel“ bezeichnet und verwendet volles Handshaking, d. h die Pinverbindungen sind wie folgt: 1-1, 2-3, 3-2, 4-6, 5-5, 6-4, 7-8, 8-7, 9-9.
5181-1561	RS-232 Kabel, 8 m

Analogkabel

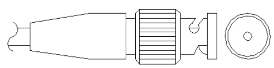


An einem Ende dieser Kabel befindet sich ein BNC-Stecker für den Anschluss an die Agilent Module. Der Anschluss am anderen Ende ist abhängig vom anzuschließenden Gerät.

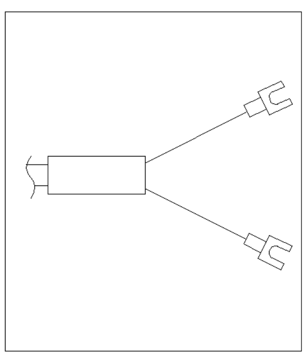
Agilent Modul zu 3394/6-Integratoren

Best.-Nr. 35900-60750	Pin 3394/6	Pin Agilent Modul	Signalname
	1		Nicht belegt
	2	Abschirmung	Analog -
	3	Zentrum	Analog +

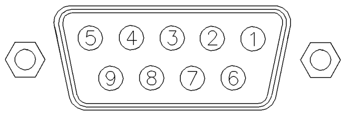
Agilent Modul an BNC-Anschluss

Best.-Nr. 8120-1840	Pin BNC	Pin Agilent Modul	Signal
	Abschirmung	Abschirmung	Analog -
	Zentrum	Zentrum	Analog +

Agilent Modul an Universalanschluss

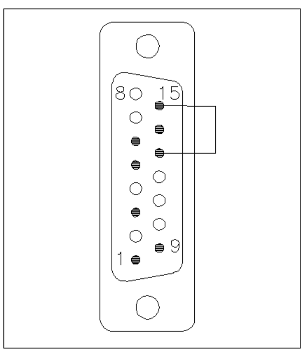
Best.-Nr. 01046-60105	Pin	Pin Agilent Modul	Signal
	1		Nicht belegt
	2	Schwarz	Analog -
	3	Rot	Analog +

Remote-Kabel



An einem Ende dieser Kabel befindet sich ein Agilent Technologies APG-Remote-Stecker (AGP = Analytical Products Group), der an die Agilent-Module angeschlossen wird. Die Art des Steckers am anderen Kabelende ist von dem anzuschließenden Gerät abhängig.

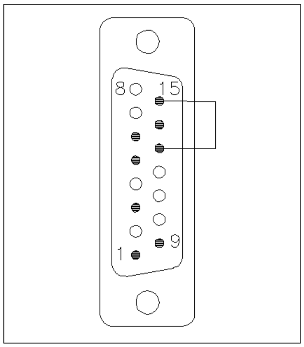
Agilent Modul an 3396A-Integratoren

Best.-Nr. 03394-60600	Pin 3396A	Pin Agilent Modul	Signal	Aktiv (TTL-Pegel)
	9	1 - Weiß	Digitale Masse	
	Nicht belegt	2 - Braun	Vorbereitung	Niedrig
	3	3 - Grau	Start	Niedrig
	Nicht belegt	4 - Blau	Abschalten	Niedrig
	Nicht belegt	5 - Rosa	Nicht belegt	
	Nicht belegt	6 - Gelb	Einschalten	Hoch
	5,14	7 - Rot	Bereit	Hoch
	1	8 - Grün	Stopp	Niedrig
	Nicht belegt	9 - Schwarz	Startanfrage	Niedrig
	13, 15		Nicht belegt	

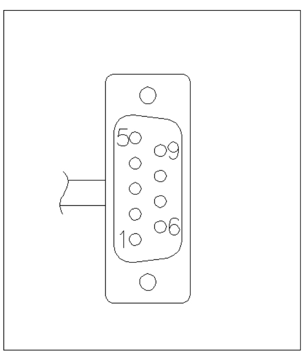
Agilent Modul zu Integratoren der 3396 Serie II / 3395A-Integratoren

Verwenden Sie das Kabel Steckverbindung, Agilent Modul zu 3396A (Serie I)-Integratoren (03394-60600) und trennen Sie den Kontaktstift Nr. 5 auf der Integratorseite. Andernfalls gibt der Integrator START und nicht BEREIT aus.

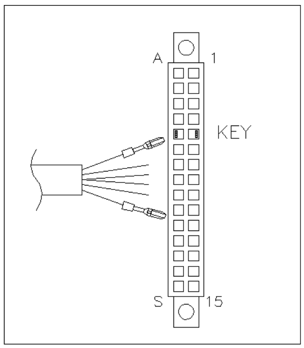
Agilent Modul an Agilent 3396 Serie III/3395B-Integratoren

Best.-Nr. 03396-61010	Pin 33XX	Pin Agilent Modul	Signal	Aktiv (TTL-Pegel)
	9	1 - Weiß	Digitale Masse	
	Nicht belegt	2 - Braun	Vorbereitung	Niedrig
	3	3 - Grau	Start	Niedrig
	Nicht belegt	4 - Blau	Abschalten	Niedrig
	Nicht belegt	5 - Rosa	Nicht belegt	
	Nicht belegt	6 - Gelb	Einschalten	Hoch
	14	7 - Rot	Bereit	Hoch
	4	8 - Grün	Stopp	Niedrig
	Nicht belegt	9 - Schwarz	Startanfrage	Niedrig
	13, 15		Nicht belegt	

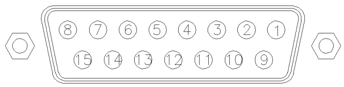
Agilent Modul an Agilent 35900 A/D-Wandler

Best.-Nr. 5061-3378	Pin 35900 A/D	Pin Agilent Modul	Signal	Aktiv (TTL-Pegel)
	1 - Weiß	1 - Weiß	Digitale Masse	
	2 - Braun	2 - Braun	Vorbereitung	Niedrig
	3 - Grau	3 - Grau	Start	Niedrig
	4 - Blau	4 - Blau	Abschalten	Niedrig
	5 - Rosa	5 - Rosa	Nicht belegt	
	6 - Gelb	6 - Gelb	Einschalten	Hoch
	7 - Rot	7 - Rot	Bereit	Hoch
	8 - Grün	8 - Grün	Stopp	Niedrig
	9 - Schwarz	9 - Schwarz	Startanfrage	Niedrig

Agilent Modul an Universalanschluss

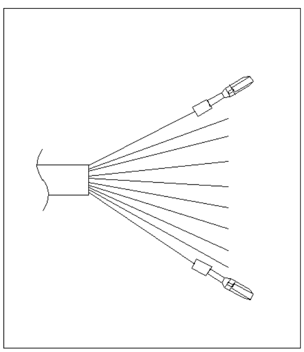
Best.-Nr. 01046-60201	Farbe	Pin Agilent Modul	Signal	Aktiv (TTL-Pegel)
	Weiß	1	Digitale Masse	
	Braun	2	Vorbereitung	Niedrig
	Grau	3	Start	Niedrig
	Blau	4	Abschalten	Niedrig
	Rosa	5	Nicht belegt	
	Gelb	6	Einschalten	Hoch
	Rot	7	Bereit	Hoch
	Grün	8	Stopp	Niedrig
	Schwarz	9	Startanfrage	Niedrig

BCD-Kabel

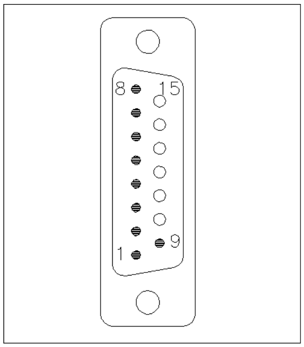


Ein Ende dieser Kabel weist einen 15-poligen Stecker auf, der an die Agilent-Module angeschlossen wird. Die Art des Steckers am anderen Kabelende ist von dem anzuschließenden Gerät abhängig.

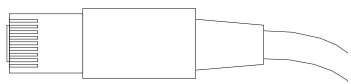
Agilent Modul an Universalanschluss

Best.-Nr. G1351-81600	Farbe	Pin Agilent Modul	Signal	BCD-Ziffer
	Grün	1	BCD 5	20
	Lila	2	BCD 7	80
	Blau	3	BCD 6	40
	Gelb	4	BCD 4	10
	Schwarz	5	BCD 0	1
	Orange	6	BCD 3	8
	Rot	7	BCD 2	4
	Braun	8	BCD 1	2
	Grau	9	Digitale Masse	Grau
	Grau/rosa	10	BCD 11	800
	Rot/blau	11	BCD 10	400
	Weiß/grün	12	BCD 9	200
	Braun/grün	13	BCD 8	100
	Nicht belegt	14		
	Nicht belegt	15	+ 5 V	Niedrig

Agilent Modul an 3396-Integratoren

Best.-Nr. 03396-60560	Pin 3396	Pin Agilent Modul	Signal	BCD-Ziffer
	1	1	BCD 5	20
	2	2	BCD 7	80
	3	3	BCD 6	40
	4	4	BCD 4	10
	5	5	BCD0	1
	6	6	BCD 3	8
	7	7	BCD 2	4
	8	8	BCD 1	2
	9	9	Digitale Masse	
	Nicht belegt	15	+ 5 V	Niedrig

CAN/LAN-Kabel



An beiden Kabelenden befindet sich ein Modulstecker für den Anschluss an die CAN- bzw. LAN-Buchse der Agilent-Module.

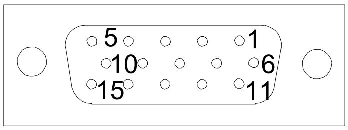
CAN-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
5181-1516	CAN-Kabel, Modul zu Modul, 0,5 m
5181-1519	CAN-Kabel, Modul zu Modul 1 m

LAN-Kabel

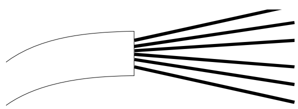
Best.-Nr.	Beschreibung
5023-0203	Ausgekreuztes Netzwerkkabel, abgeschirmt, 3 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)
5023-0202	Twisted Pair-Netzwerkkabel, abgeschirmt, 7 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)

Kabel für externen Kontakt



An einem Kabelende befindet sich ein 15-poliger Stecker, der an die Schnittstellenkarte von Agilent Gerätemodulen angeschlossen wird. Das andere Ende ist ein Universalanschluss.

Agilent Modul-Schnittstellenkarte für Universalanschluss

Best.-Nr. G1103-61611	Farbe	Pin Agilent Modul	Signalname
	Weiß	1	EXT 1
	Braun	2	EXT 1
	Grün	3	EXT 2
	Gelb	4	EXT 2
	Grau	5	EXT 3
	Rosa	6	EXT 3
	Blau	7	EXT 4
	Rot	8	EXT 4
	Schwarz	9	Nicht belegt
	Lila	10	Nicht belegt
	Grau/rosa	11	Nicht belegt
	Rot/blau	12	Nicht belegt
	Weiß/grün	13	Nicht belegt
	Braun/grün	14	Nicht belegt
	Weiß/gelb	15	Nicht belegt

Agilent Modul an PC

Best.-Nr.	Beschreibung
G1530-60600	RS-232 Kabel, 2 m
RS232-61601	RS-232-Kabel, 2,5 m Gerät zu PC, 9x9-Pin-Buchse. Dieses Kabel hat eine spezielle Pinbelegung und kann nicht zum Anschließen von Druckern und Plottern verwendet werden. Es wird auch als „Nullmodemkabel“ bezeichnet und verwendet volles Handshaking, d. h die Pinverbindungen sind wie folgt: 1-1, 2-3, 3-2, 4-6, 5-5, 6-4, 7-8, 8-7, 9-9.
5181-1561	RS-232 Kabel, 8 m

12 Hardware-Informationen

Dieses Kapitel beschreibt den Detektor mit weiteren Einzelheiten zu Hardware und Elektronik.

Firmware-Beschreibung

Die Firmware des Geräts besteht aus zwei unabhängigen Teilen:

- einem nicht gerätespezifischen Teil namens *Residentes System*
- einem gerätespezifischen Teil namens *Hauptsystem*

Residentes System

Der residente Teil der Firmware ist für alle Agilent Module der Serien 1100/1200/1220/1260/1290 identisch. Seine Eigenschaften sind:

- vollständige Kommunikationsfähigkeiten (CAN, LAN und RS-232C)
- Speicherverwaltung
- Fähigkeit zur Aktualisierung der Firmware auf dem 'Hauptsystem'

Hauptsystem

Seine Eigenschaften sind:

- vollständige Kommunikationsfähigkeiten (CAN, LAN und RS-232C)
- Speicherverwaltung
- Fähigkeit zur Aktualisierung der Firmware auf dem 'Residenten System'

Zusätzlich umfasst das Hauptsystem die Gerätefunktionen, die aufgeteilt sind in allgemeine Funktionen wie

- Synchronisierung über APG-Remote durchführen,
- Fehlerhandhabung,
- diagnostische Funktionen,
- oder modulspezifische Funktionen wie z. B.
  - interne Ereignisse wie Lampensteuerung, Filterbewegungen,
  - Rohdatensammlung und Umwandlung in Extinktion.

Firmware-Aktualisierungen

Firmware-Aktualisierungen können über Ihre Benutzerschnittstelle durchgeführt werden:

- Tool für PC- und Firmware-Aktualisierung mit Dateien auf der Festplatte
- Instant Pilot (G4208A) mit Dateien auf einem USB-Stick
- Agilent Lab Advisor Software B.01.03 und höher

Die Dateibenennungskonventionen sind wie folgt:

PPPP_RVVV_XXX.dlb, wobei

PPPP die Produktnummer ist, zum Beispiel, 1315AB für den G1315A/B DAD,

R die Firmware-Revision, zum Beispiel, A für G1315B oder B für G1315C DAD,

VVV ist die Revisionsnummer, zum Beispiel 102 ist Revision 1.02,

XXX ist die Modellnummer der Firmware.

Für Anleitungen zu Firmware-Aktualisierungen siehe den Abschnitt *Firmware austauschen* im Kapitel *Wartung* oder verwenden Sie die Dokumentation, die mit den *Firmware-Aktualisierungs-Tools* geliefert wurde.

HINWEIS

Die Aktualisierung des Hauptsystems kann nur im residenten System erfolgen. Die Aktualisierung des residenten Systems kann nur im Hauptsystem erfolgen.

Haupt- und residente Firmware müssen aus demselben Set sein.

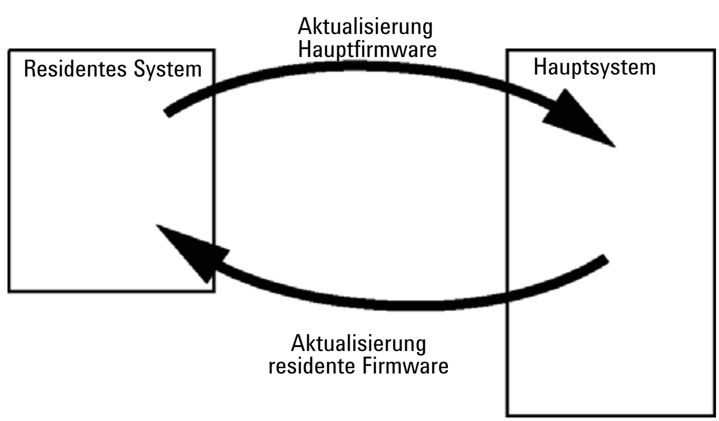


Abbildung 76 Aktualisierungsmechanismus der Firmware

HINWEIS

Manchen Modulen sind in Bezug auf Downgradings durch die Hauptplatinenversion oder ihre anfängliche Firmwarerevision Grenzen gesetzt. Zum Beispiel kann ein G1315C DAD SL kein Downgrade unter Firmware-Revision B.01.02 bzw. auf ein A.xx.xx haben.

Manche Module können umbenannt werden (z.B. G1314C in G1314B), um den Betrieb in bestimmten Steuerungssoftwareumgebungen zu erlauben. In diesem Fall wird das Funktionsset des Zieltyps verwendet und das Funktionsset des Originals geht dabei verloren. Nach der Umbenennung (z.B. von G1314B in G1314C) steht das Originalfunktionsset wieder zur Verfügung.

Alle diese spezifischen Informationen sind in der mit den Tools zur Firmware-Aktualisierung bereitgestellten Dokumentation beschrieben.

Die Tools zur Firmware-Aktualisierung, Firmware und Dokumentation stehen auf der Website von Agilent zur Verfügung.

- http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761

Optionale Schnittstellenkarten

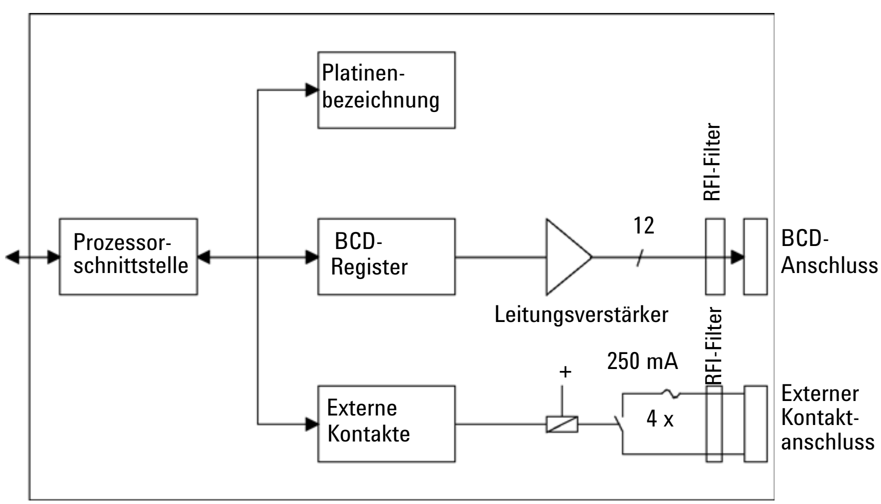
BCD / Externe Kontakt-Karte

Die Agilent Gerätemodule der Serie 1200 Infinity besitzen einen optionalen Steckplatz zum Einbau einer Schnittstellenkarte in das Modul. Einige Module haben diesen Steckplatz nicht. In “Schnittstellen” auf Seite 236 finden Sie weitere Informationen.

Optionale Schnittstellenkarten

Best.-Nr.	Beschreibung
G1351-68701	Schnittstellenplatine (BCD) mit externen Kontakten und BCD-Ausgang
2110-0004	Sicherung für BCD-Platine, 250 mA

Die BCD-Karte liefert eine BCD-Ausgabe der Flaschennummer des automatischen Probengebers der Agilent Serie 1200 und vier externe Kontakte. Die externen Kontakte werden mit Relaiskontakten hergestellt. Die maximalen Einstellungen sind: 30 V (A/D); 250 mA (gesichert).



Es sind Universalkabel für den Anschluss der BCD-Ausgabe, siehe “BCD-Kabel” auf Seite 219, und der externen Ausgaben, siehe “Kabel für externen Kontakt” auf Seite 222, an externe Geräte erhältlich.

Tabelle 32 Detaillierte Schnittstellen-Anordnung (1200)

Pin	Signalname	BCD-Ziffer
1	BCD 5	20
2	BCD 7	80
3	BCD 6	40
4	BCD 4	10
5	BCD 0	1
6	BCD 3	8
7	BCD 2	4
8	BCD 1	2
9	Digitale Masse	
10	BCD 11	800
11	BCD 10	400
12	BCD 9	200
13	BCD 8	100
15	+5V	Niedrig

Schnittstellenkarte für LAN-Kommunikation

Die Agilent Gerätemodule besitzen einen optionalen Steckplatz zum Einbau einer Schnittstellenkarte in das Modul. Einige Module haben diesen Steckplatz nicht. In “Schnittstellen” auf Seite 236 finden Sie weitere Informationen.

Best.-Nr.		Beschreibung
	G1369B oder G1369-60002	Schnittstellenplatine (LAN)
Oder	G1369C oder G1369-60012	Schnittstellenkarte (LAN)

HINWEIS Für jedes Agilent 1260 Infinity Gerät ist eine Karte erforderlich. Es wird empfohlen, die LAN-Karte im Detektor mit der höchsten Datenrate zu verwenden.

HINWEIS Angaben zur Konfiguration der Schnittstellenkarte für LAN-Kommunikation des G1369 entnehmen Sie bitte den Geräteunterlagen.

Mit den Agilent 1260 Infinity Gerätemodulen können die folgenden Karten verwendet werden.

Tabelle 33 LAN-Karten

Typ	Hersteller	Unterstützte Netzwerke
Schnittstellenplatine (LAN) (G1369B oder G1369-60002) oder Schnittstellenkarte (LAN) (G1369C oder G1369-60012)	Agilent Technologies	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) *für Nachbestellung empfohlen*
LAN-Kommunikationsschnittstellenkarte (G1369A oder G1369-60001)	Agilent Technologies	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) (*obsolet*)
J4106A[1]	Hewlett Packard	Ethernet/802.3, RJ-45 (10Base-T)

Tabelle 33 LAN-Karten

Typ	Hersteller	Unterstützte Netzwerke
J4105A[1]	Hewlett Packard	Token Ring/802.5, DB9, RJ-45 (10Base-T)
J4100A[1]	Hewlett Packard	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) + BNC (10Base2)

1 Diese Karten sind ggf. nicht mehr erhältlich. Die Mindest-Version der Firmware dieser Hewlett Packard JetDirect-Karten ist A.05.05.

Empfohlene LAN-Kabel

Best.-Nr.	Beschreibung
5023-0203	Ausgekreuztes Netzwerkkabel, abgeschirmt, 3 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)
5023-0202	Twisted Pair-Netzwerkkabel, abgeschirmt, 7 m (für Punkt-zu-Punkt-Anschluss)

Elektrische Anschlüsse

- Der CAN-Bus ist ein serieller Bus mit hoher Datenübertragungsrate. Beide CAN-Bus-Anschlüsse werden für den internen Datentransfer zwischen Modulen und für die Synchronisation verwendet.
- Zwei voneinander unabhängige Analogausgänge liefern Signale für Integratoren oder Datenverarbeitungssysteme.
- Der Steckplatz für Schnittstellenkarten kann für externe Kontakte, die BCD-Ausgabe der Flaschennummer oder für LAN-Anschlüsse genutzt werden.
- Der REMOTE-Anschluss kann in Verbindung mit anderen Analysengeräten von Agilent Technologies verwendet werden, um Funktionen wie Starten, Stoppen, allgemeines Abschalten, Vorbereiten usw. zu nutzen.
- Der RS-232C-Anschluss kann mit geeigneter Software verwendet werden, um das Modul von einem Computer aus über eine RS-232C-Verbindung zu steuern. Dieser Anschluss wird über den Konfigurationsschalter aktiviert und konfiguriert.
- Die Netzanschlussbuchse erlaubt eine Eingangsspannung von 100 – 240 VAC ± 10 % mit einer Netzfrequenz von 50 oder 60 Hz. Der maximale Stromverbrauch variiert je nach Modul. Das Modul verfügt über ein Universalnetzteil. Es gibt daher keinen Spannungswahlschalter. Es gibt keine von außen zugänglichen Sicherungen, da elektronische Automatiksicherungen im Netzteil eingebaut sind.

HINWEIS Verwenden Sie ausschließlich Originalkabel von Agilent Technologies, um eine einwandfreie Funktion und die Einhaltung der Sicherheits- und EMC-Bestimmungen zu gewährleisten.

Rückansicht des Moduls

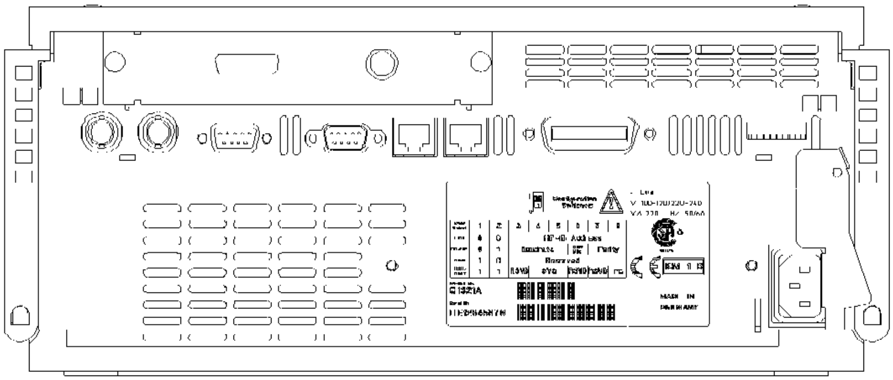


Abbildung 77 Rückseite des Detektors – Elektrische Anschlüsse und Typenschild

HINWEIS Mit Einführung der Module der Serie 1260 Infinity wurde die GBIP-Schnittstelle entfernt.

Seriennummer

Seriennummerinformation für 1260 Infinity

Die Seriennummer auf den Gerätetiketten enthält die folgenden Angaben:

CCXZZ00000	Format
CC	Herstellungsland • DE = Deutschland • JP = Japan • CN = China
X	Alphabetisches Zeichen A-Z (verwendet durch Hersteller)
ZZ	Alphanumerischer Code 0-9, A-Z, wo jede Kombination eindeutig ein Modul bezeichnet (es kann nicht mehr als einen Code für dasselbe Modul geben)
00000	Seriennummer

Seriennummerinformation für Serie 1200 und 1290 Infinity

Die Seriennummer auf den Gerätetiketten enthält die folgenden Angaben:

CCYWWSSSSS	Format
CC	Herstellungsland • DE = Deutschland • JP = Japan • CN = China
YWW	Jahr und Woche der letzten umfassenden Produktionsänderung, 820 steht beispielsweise für Woche 20 in 1998 oder 2008
SSSSS	„echte“ Seriennummer

Schnittstellen

Die Agilent Gerätemodule der Serie 1200 Infinity weisen folgende Schnittstellen auf:

Tabelle 34 Schnittstellen für Agilent Gerätemodule der Serie 1200 Infinity

Modul	CAN	LAN/BCD (optional)	LAN (integriert)	RS-232	Analog	APG-Remote	Spezial
Pumps							
G1310B Iso-Pumpe G1311B Quat-Pumpe G1311C Quat-Pumpe VL G1312B Bin-Pumpe K1312B Bin-Pumpe Klinikversion G1312C Bin-Pumpe VL 1376A Kap.-Pumpe G2226A Nano-Pumpe G5611A Bioinerte Quat-Pumpe	2	Ja	Nein	Ja	1	Ja	
G4220A/B Bin-Pumpe G4204A Quat-Pumpe	2	Nein	Ja	Ja	Nein	Ja	CAN-DC- OUT für CAN-Folgegeräte
G1361A Vorb.-Pumpe	2	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	CAN-DC- OUT für CAN-Folgegeräte
Samplers							
G1329B ALS G2260A Vorb.-ALS	2	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	THERMOSTAT für G1330B/K1330B
G1364B FC-PS G1364C FC-AS G1364D FC-µS G1367E HiP ALS K1367E HiP ALS Klinikversion G1377A HiP mikro ALS G2258A DL ALS G5664A Bioinertes FC-AS G5667A Bioinerter automatischer Probengeber	2	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	THERMOSTAT für G1330B/K1330B CAN-DC- OUT für CAN-Folgegeräte
G4226A ALS	2	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	

Tabelle 34 Schnittstellen für Agilent Gerätemodule der Serie 1200 Infinity

Modul	CAN	LAN/BCD (optional)	LAN (integriert)	RS-232	Analog	APG-Remote	Spezial
Detectors							
G1314B VWD VL G1314C VWD VL+	2	Ja	Nein	Ja	1	Ja	
G1314E/F VWD K1314F Klinikversion	2	Nein	Ja	Ja	1	Ja	
G4212A/B DAD K4212B DAD Klinikversion	2	Nein	Ja	Ja	1	Ja	
G1315C DAD VL+ G1365C MWD G1315D DAD VL G1365D MWD VL	2	Nein	Ja	Ja	2	Ja	
G1321B FLD K1321B FLD Klinikversion G1321C FLD	2	Ja	Nein	Ja	2	Ja	
G1362A RID	2	Ja	Nein	Ja	1	Ja	
G4280A ELSD	Nein	Nein	Nein	Ja	Ja	Ja	EXT Kontakt AUTOZERO
Others							
G1170A Ventilantrieb	2	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	1
G1316A/C TCC K1316C TCC Klinikversion	2	Nein	Nein	Ja	Nein	Ja	
G1322A DEG K1322A DEG Klinikversion	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Ja	AUX
G1379B DEG	Nein	Nein	Nein	Ja	Nein	Ja	
G4225A DEG K4225A DEG Klinikversion	Nein	Nein	Nein	Ja	Nein	Ja	

Tabelle 34 Schnittstellen für Agilent Gerätemodule der Serie 1200 Infinity

Modul	CAN	LAN/BCD (optional)	LAN (integriert)	RS-232	Analog	APG-Remote	Spezial
G4227A Flex Cube	2	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	CAN-DC- OUT für CAN-Folgegeräte [1]
G4240A CHIP CUBE	2	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	CAN-DC- OUT für CAN-Folgegeräte THERMOSTAT für G1330A/B (NICHT VERWENDET), K1330B

[1] Erfordert ein HOST-Modul mit integriertem LAN (z. B. G4212A oder G4220A mit Firmware-Mindestversion B.0640 oder C.06.40) bzw. mit einer zusätzlichen LAN-Karte G1369C

HINWEIS Der Detektor (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) ist der bevorzugte Zugangspunkt für die Steuerung über LAN. Die modulübergreifende Kommunikation erfolgt über CAN.

- CAN-Buchsen zum Anschluss von anderen Modulen
- LAN-Buchse als Schnittstelle für die Steuersoftware
- RS-232C als Schnittstelle zu einem Computer
- REMOTE-Anschluss als Schnittstelle zu anderen Agilent Produkten
- Analogausgangsbuchse(n) für den Signalausgang

Überblick über Schnittstellen

CAN

Die CAN-Schnittstelle dient der Datenübertragung zwischen den Gerätemodulen. Es handelt sich um ein zweiadriges serielles Bussystem, das hohes Datenaufkommen und Echtzeitanforderungen unterstützt.

LAN

Die Module haben entweder einen Steckplatz für eine LAN-Karte (z. B. Agilent G1369B/C LAN-Schnittstelle) oder eine integrierte LAN-Schnittstelle (z. B. Detektoren G1315C/D DAD und G1365C/D MWD). Diese Schnittstelle ermöglicht die Steuerung des Moduls/Systems über einen angeschlossenen Computer mit der entsprechenden Steuerungssoftware. Einige Module haben weder eine integrierte LAN-Schnittstelle noch einen Steckplatz für eine LAN-Karte (z. B. G1170A Ventilantrieb oder G4227A Flex Cube). Dies sind gehostete Module, die ein Host-Modul mit Firmware B.06.40 oder später bzw. mit zusätzlicher G1369C LAN-Karte benötigen.

HINWEIS Wenn das System einen Agilent Detektor (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) umfasst, sollte das LAN aufgrund der höheren Datenlast mit dem DAD/MWD/FLD/VWD/RID verbunden werden. Wenn das System keinen Agilent Detektor umfasst, sollte die LAN-Schnittstelle in der Pumpe oder im automatischen Probengeber installiert werden.

RS-232C (seriell)

Der RS-232C-Anschluss wird zur Steuerung des Moduls von einem Computer mit entsprechender Software aus verwendet. Diese Schnittstelle kann durch den Konfigurationsschalter an der Rückseite des Moduls konfiguriert werden. Informationen hierzu finden Sie unter *Einstellungen für die RS-232C-Datenkommunikation*.

HINWEIS Bei Hauptplatinen mit integriertem LAN ist keine Konfiguration möglich. Diese sind wie folgt vorkonfiguriert:

- 19.200 Baud
- 8 Datenbits ohne Parität
- es werden immer ein Start- und ein Stoppbit verwendet (nicht änderbar).

Die RS-232C-Schnittstelle ist als DCE (Data Communication Equipment, Datenübertragungseinrichtung) ausgelegt mit einem 9-poligen männlichen SUB-D-Anschluss. Die Pins sind wie folgt definiert:

Tabelle 35 RS-232C-Belegungstabelle

Pin	Richtung	Funktion
1	Ein	DCD
2	Ein	RxD
3	Aus	TxD
4	Aus	DTR
5		Masse
6	Ein	DSR
7	Aus	RTS
8	Ein	CTS
9	Ein	RI

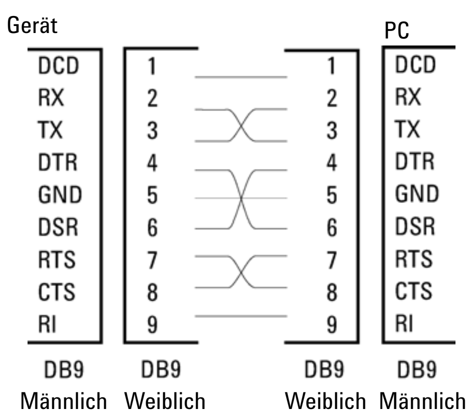


Abbildung 78 RS-232 Kabel

Analogsignalausgabe

Die Analogsignalausgabe kann an eine Aufzeichnungsvorrichtung geleitet werden. Einzelheiten dazu finden Sie in der Beschreibung der Hauptplatine des Moduls.

APG-Remote

Der APG-Remote-Anschluss kann in Verbindung mit anderen Analysegeräten von Agilent Technologies benutzt werden, um Funktionen wie allgemeines Abschalten, Vorbereiten usw. zu nutzen.

Diese Remote-Steuerung gestattet die Verbindung zwischen einzelnen Geräten oder Systemen zur Durchführung koordinierter Analysen mit einfachen Verbindungsanforderungen.

Es wird der Subminiatur-D-Steckverbinder verwendet. Das Modul verfügt über einen Remote-Anschluss, mit gleichzeitig Ein- und Ausgang (verdrahtete ODER-Schaltung).

Um innerhalb eines dezentralen Analysesystems maximale Sicherheit zu gewährleisten, dient eine Signalleitung (**SHUT DOWN**) speziell dazu, die systemkritischen Komponenten abzuschalten, sobald in irgendeinem der Module ein schwerwiegendes Problem erkannt wird. Zur Erkennung, ob alle angeschlossenen Module eingeschaltet oder ordnungsgemäß am Netz sind, ist eine Leitung vorgesehen, die den Einschaltzustand **POWER ON** aller angeschlossenen Module registriert. Die Steuerung des Analysenlaufs erfolgt über die Signale **READY** (bereit für die folgende Analyse), gefolgt von **START** des Analysenlaufs und optional **STOP** der Analyse, die auf den entsprechenden Signalleitungen ausgelöst werden. Zusätzlich können die Signale **PREPARE** und **START REQUEST** übermittelt werden. Die Signalpegel sind wie folgt festgelegt:

- Standard-TTL-Pegel (0 V ist logisch wahr, + 5,0 V ist falsch)
- Lüfter aus ist 10 ,
- Eingangswiderstand beträgt 2,2 kOhm bei +5,0 V, und
- Ausgang ist vom Typ offener Kollektor, Eingänge/Ausgänge (verdrahtete ODER-Schaltung).

HINWEIS

Alle gängigen TTL-Schaltkreise funktionieren mit einem Netzteil von 5 V. Ein TTL-Signal ist als "Niedrig" (low) oder L definiert, wenn es zwischen 0 V und 0,8 V liegt, und als "Hoch" (high) oder H, wenn es zwischen 2,0 V und 5,0 V liegt (in Bezug auf den Erdungsanschluss).

Tabelle 36 Signalverteilung am Remote-Anschluss

Pin	Signal	Beschreibung
1	DGND	Digitale Masse
2	PREPARE	(L) Anforderung zur Analysenvorbereitung (z. B. Kalibrierung, Detektorlampe ein). Empfänger ist jedes beliebige Modul, das Aktivitäten vor der Analyse ausführt.
3	START	(L) Anforderung, eine Laufzeittabelle zu starten. Empfänger ist jedes beliebige Modul, das laufzeitabhängige Aktivitäten ausführt.
4	SHUT DOWN	(L) System hat ernsthafte Probleme (z. B. Leckage: Pumpe wird gestoppt). Empfänger ist jedes beliebige Modul, das zur Reduzierung des Sicherheitsrisikos beitragen kann.
5		Nicht belegt
6	POWER ON	(H) Alle mit dem System verbundenen Module werden eingeschaltet. Empfänger ist jedes beliebige Modul, das vom Betrieb anderer Module abhängt.
7	READY	(H) Das System ist bereit für die nächste Analyse. Empfänger ist jeder Sequenzcontroller.
8	STOP	(L) Das System soll so schnell wie möglich betriebsbereit gemacht werden (z. B. Lauf beenden, Injektion abbrechen oder beenden). Empfänger ist jedes beliebige Modul, das laufzeitabhängige Aktivitäten ausführt.
9	START REQUEST	(L) Anforderung zum Start des Injektionszyklus (z. B. durch Starten eines beliebigen Moduls). Empfänger ist der automatische Probengeber.

Spezial-Schnittstellen

Für dieses Modul ist keine Spezialschnittstelle vorhanden.

Einstellen des 8-Bit-Konfigurationsschalters (ohne integriertes LAN)

Der 8-Bit-Konfigurationschalter befindet sich auf der Rückseite des Moduls.

Dieses Modul hat keine eigene integrierte LAN-Schnittstelle. Es kann durch über die LAN-Schnittstelle eines anderen Moduls bzw. eine CAN-Verbindung zu diesem Modul gesteuert werden.

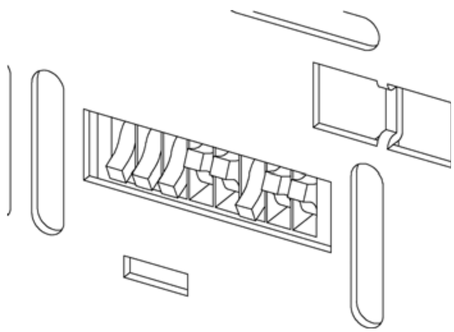


Abbildung 79 Konfigurationsschalter (Einstellungen hängen vom konfigurierten Modus ab)

Alle Module ohne integriertes LAN:

- Standardmäßig sollten ALLE Schalter UNTEN stehen (beste Einstellungen)
  - Bootp-Modus für LAN und
  - 19200 Baud, 8 Datenbits / 1 Stoppbit ohne Parität für RS-232
- SCHALTER 1 UNTEN und SCHALTER 2 OBEN ermöglichen spezielle RS-232-Einstellungen
- Bei Boot/Test-Modi müssen die Schalter 1 und 2 OBEN und der erforderliche Modus eingestellt sein.

HINWEIS Verwenden Sie für den normalen Betrieb die Standardeinstellungen (besten Einstellungen).

Die Schalterstellungen legen Konfigurationsparameter für das serielle Übertragungsprotokoll und gerätespezifische Initialisierungsprozeduren fest.

HINWEIS Mit der Einführung von Agilent 1260 Infinity wurde auf alle GPIB-Schnittstellen verzichtet. Die bevorzugte Kommunikation erfolgt über LAN.

HINWEIS Die nachstehenden Tabellen zeigen ausschließlich die Einstellungen der Konfigurationsschalter für Module ohne integriertes LAN.

Tabelle 37 8-Bit-Konfigurationsschalter (ohne integriertes LAN)

Modus	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	Baudrate			Daten-bits	Parität	
Reserviert	1	0	Reserviert					
TEST/BOOT	1	1	RES	SYS		RES	RES	FC

HINWEIS Die LAN-Einstellungen werden auf der LAN-Schnittstellenkarte G1369B/C vorgenommen. Lesen Sie die mit der Karte gelieferte Dokumentation.

Einstellungen für die RS-232C-Kommunikation

Das beim Säulenofen verwendete Datenübertragungsprotokoll unterstützt nur den Hardware-Quittungsbetrieb (Hardware-Handshake CTS/RTR).

Ist der Schalter 1 unten und der Schalter 2 oben, bedeutet dies, dass die RS-232C-Parameter verändert werden. Nach Beendigung der Einstellung muss der Säulenthermostat erneut eingeschaltet werden, damit die Werte in den nicht flüchtigen Speicher übernommen werden.

Tabelle 38 Einstellungen für die RS-232C-Datenkommunikation (ohne integriertes LAN)

Modus	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	Baudrate			Datenbits	Parität	

Wählen Sie anhand der folgenden Tabellen die Einstellung, die Sie für Ihre RS-232C-Kommunikation verwenden möchten. Die Zahlen 0 und 1 bedeuten, dass der Schalter nach unten bzw. nach oben gestellt ist.

Tabelle 39 Baudraten-Einstellungen (ohne integriertes LAN)

Schalter			Baudrate	Schalter			Baudrate
3	4	5		3	4	5	
0	0	0	9600	1	0	0	9600
0	0	1	1200	1	0	1	14400
0	1	0	2400	1	1	0	19200
0	1	1	4800	1	1	1	38400

Tabelle 40 Datenbit-Einstellungen (ohne integriertes LAN)

Schalter 6	Länge des Datenworts
0	7-Bit-Kommunikation
1	8-Bit-Kommunikation

Tabelle 41 Paritätseinstellungen (ohne integriertes LAN)

Schalter		Parität
7	8	
0	0	keine Parität
0	1	ungerade Parität
1	1	gerade Parität

Es werden immer ein Start- und ein Stoppbit verwendet (nicht änderbar).

Standardmäßig stellt sich das Modul auf 19200 Baud ein (8 Datenbits ohne Parität).

Spezielle Einstellungen

Die speziellen Einstellungen sind für bestimmte Aktionen erforderlich (normalerweise in einem Service-Fall).

Boot-Resident

Prozeduren zur Aktualisierung der Firmware erfordern diesen Modus, falls beim Laden der Firmware (Haupt-Firmware-Komponente) Fehler auftreten.

Wenn Sie folgende Schalterstellungen verwenden und das Gerät wieder einschalten, verbleibt die Gerätefirmware im residenten Modus. Das Gerät kann nicht als Modul betrieben werden. Es werden nur die Basisfunktionen des Betriebssystems verwendet, zum Beispiel für die Kommunikation. In diesem Modus kann die Hauptfirmware geladen werden (mithilfe von Update-Hilfsprogrammen).

Tabelle 42 Boot-Resident-Einstellungen (ohne integriertes LAN)

Modus	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
TEST/BOOT	1	1	0	0	1	0	0	0

Erzwungener Kaltstart

Ein erzwungener Kaltstart kann durchgeführt werden, um das Modul in einen definierten Modus mit Standard-Parametereinstellungen zu versetzen.

VORSICHT

Datenverlust

Ein erzwungener Kaltstart löscht alle Methoden und Daten, die im nicht flüchtigen Speicher gespeichert sind. Hiervon ausgenommen sind die Kalibrierungseinstellungen, Diagnose- und Reparatur-Logbücher.

→ Speichern Sie Ihre Methoden und Daten, bevor Sie einen erzwungenen Kaltstart ausführen.

Wenn Sie folgende Schaltereinstellungen verwenden und das Gerät wieder einschalten, wird ein erzwungener Kaltstart durchgeführt.

Tabelle 43 Einstellungen für erzwungenen Kaltstart (ohne integriertes LAN)

Modus	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
TEST/BOOT	1	1	0	0	0	0	0	1

Wartungsvorwarnfunktion

Die Wartung erfordert den Austausch von Komponenten, die hohen Belastungen oder Verschleiß unterliegen. Idealerweise sollte die Häufigkeit des Teileaustauschs von der Nutzungsdauer des Moduls und den Analysebedingungen abhängen und nicht auf einem vordefinierten Zeitintervall basieren. Das **EMF**-System (Early Maintenance Feedback, Wartungsvorwarnfunktion) überwacht die Belastung spezifischer Komponenten im Gerät und gibt dann eine Meldung aus, wenn die vom Anwender vorgegebenen Grenzen erreicht wurden. Eine Anzeige in der Benutzeroberfläche weist darauf hin, dass Wartungsarbeiten geplant werden sollten.

EMF Counters

Die **EMF counters**werden mit der Nutzungsdauer erhöht. Es können Maximalwerte zugeordnet werden, bei deren Überschreitung ein Hinweis in der Benutzeroberfläche erscheint. Einige Zähler können nach einer planmäßigen Wartung auf Null zurückgesetzt werden.

Verwendung der EMF Counters

Die vom Anwender einstellbaren Maximalwerte für die **EMF Counters** erlauben die Anpassung des Frühwarnsystems für fällige Wartungen an die Anforderungen des Anwenders. Der empfohlene Wartungszyklus hängt von den Einsatzbedingungen ab. Die Wahl der Maximalwerte muss daher auf Grundlage der spezifischen Betriebsbedingungen des Geräts erfolgen.

Einstellung des EMF Limits

Die Einstellung der **EMF**-Werte muss über ein oder zwei Wartungszyklen optimiert werden. Anfänglich sollte der Standard-**EMF**-Grenzwert eingestellt werden. Wenn aufgrund der Geräteleistung eine Wartung notwendig wird, notieren Sie den vom EMF-Betriebsstundenzähler angezeigten Wert. Geben Sie diese Werte (oder etwas geringere) als **EMF**-Höchstwerte ein und stellen Sie die **EMF counters** auf Null zurück. Sobald die **EMF counters** das nächste Mal die eingestellten **EMF** Höchstwerte überschreiten, wird der **EMF**-Hinweis angezeigt und erinnert daran, dass eine Wartung durchzuführen ist.

Geräteaufbau

Das Design des Moduls kombiniert viele innovative Eigenschaften. Es verwendet Agilents E-PAC-Konzept für die Verpackung von elektronischen und mechanischen Bauteilen. Dieses Konzept basiert auf der Verwendung von Schaumstoffteilen aus expandiertem Polypropylen (EPP), mittels derer die mechanischen Komponenten und elektronischen Platinen optimal eingebaut werden. Der Schaumstoff ist in einem metallischen Innengehäuse untergebracht, das von einem äußeren Kunststoffgehäuse umgeben ist. Diese Verpackungstechnologie bietet folgende Vorteile:

- Befestigungsschrauben, Bolzen oder Verbindungen werden weitgehend überflüssig; die Anzahl der Teile wird verringert, was ein schnelleres Zusammen- bzw. Auseinanderbauen ermöglicht.
- In die Kunststoffschichten sind Luftkanäle eingelassen, durch welche die Kühlluft exakt zu den richtigen Stellen geführt wird.
- Die Kunststoffschichten schützen die elektronischen und mechanischen Teile vor Erschütterungen.
- Das innere Metallgehäuse schirmt die Geräteelektronik von elektromagnetischen Störfeldern ab und verhindert, dass von dem Gerät Kurzwellen abgestrahlt werden.

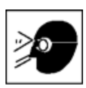
13 Anhang

Dieses Kapitel enthält Sicherheitshinweise und allgemeine Informationen.

Allgemeine Sicherheitsinformationen

Sicherheitssymbole

Tabelle 44 Sicherheitssymbole

Symbol	Beschreibung
	Ist ein Bauteil mit diesem Symbol gekennzeichnet, so sollte der Benutzer zur Vorbeugung von Verletzungen und Beschädigungen die Bedienungsanleitung genau beachten.
	Weist auf gefährliche Spannungen hin.
	Weist auf einen Schutzkontakt (Erdung) hin.
	Das Licht der Deuterium-Lampe in diesem Produkt kann bei direktem Blickkontakt zu Augenverletzungen führen.
	Das Gerät ist mit diesem Symbol versehen, wenn heiße Oberflächen vorhanden sind, mit denen der Benutzer nicht in Berührung kommen sollte.

WARNUNG

Eine WARNUNG

weist Sie auf Situationen hin, die Personenschäden oder tödliche Verletzungen verursachen können.

→ Übergehen Sie nicht diesen Hinweis, bevor Sie die Warnung nicht vollständig verstanden haben und entsprechende Maßnahmen getroffen haben.

VORSICHT

Der Sicherheitshinweis VORSICHT

weist Sie auf Situationen hin, die zu einem möglichen Datenverlust oder zu einer Beschädigung des Geräts führen können.

→ Fahren Sie bei einem Vorsicht-Hinweis erst dann fort, wenn Sie ihn vollständig verstanden und entsprechende Maßnahmen getroffen haben.

Allgemeine Sicherheitsinformationen

Die folgenden allgemeinen Sicherheitshinweise müssen in allen Betriebsphasen sowie bei der Wartung und Reparatur des Geräts beachtet werden. Die Nichtbeachtung dieser Vorsichtsmaßnahmen bzw. der speziellen Warnungen innerhalb dieses Handbuchs verletzt die Sicherheitsstandards der Entwicklung, Herstellung und vorgesehenen Nutzung des Geräts. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung, wenn der Kunde diese Vorschriften nicht beachtet.

WARNUNG

Stellen Sie die ordnungsgemäße Verwendung der Geräte sicher.

Der vom Gerät bereitgestellte Schutz kann beeinträchtigt sein.

→ Der Bediener sollte dieses Gerät so verwenden, wie in diesem Handbuch beschrieben.

Sicherheitsstandards

Dies ist ein Gerät der Sicherheitsklasse I (mit Erdungsanschluss). Es wurde entsprechend internationaler Sicherheitsstandards gefertigt und getestet.

Betrieb

Beachten Sie vor dem Anlegen der Netzspannung die Installationsanweisungen. Darüber hinaus sind folgende Punkte zu beachten:

Während des Betriebs darf das Gehäuse des Geräts nicht geöffnet werden. Vor dem Einschalten des Gerätes müssen sämtliche Massekontakte, Verlängerungskabel, Spartransformatoren und angeschlossenen Geräte über eine geer-

dete Netzsteckdose angeschlossen werden. Bei einer Unterbrechung des Erdungsanschlusses besteht die Gefahr eines Stromschlags, der zu ernsthaften Personenschäden führen kann. Das Gerät muss außer Betrieb genommen und gegen jede Nutzung gesichert werden, sofern der Verdacht besteht, dass die Erdung beschädigt ist.

Stellen Sie sicher, dass nur Sicherungen für entsprechenden Stromfluss und des angegebenen Typs (normal, träge usw.) als Ersatz verwendet werden. Die Verwendung reparierter Sicherungen und das Kurzschließen von Sicherungshaltern sind nicht zulässig.

Einige in diesem Handbuch beschriebenen Einstellarbeiten werden bei an das Stromnetz angeschlossenem Gerät und abgenommener Gehäuseabdeckung durchgeführt. Dabei liegen im Gerät an vielen Punkten hohe Spannungen an, die im Falle eines Kontaktschlusses zu Personenschäden führen können.

Sämtliche Einstellungs-, Wartungs- und Reparaturarbeiten am geöffneten Gerät sollten nach Möglichkeit nur durchgeführt werden, wenn das Gerät von der Netzspannung getrennt ist. Solche Arbeiten dürfen nur von erfahrenem Personal durchgeführt werden, das über die Gefahren ausreichend informiert ist. Wartungs- und Einstellarbeiten an internen Gerätekomponenten sollten nur im Beisein einer zweiten Person durchgeführt werden, die im Notfall Erste Hilfe leisten kann. Tauschen Sie keine Komponenten aus, solange das Netzkabel am Gerät angeschlossen ist.

Das Gerät darf nicht in Gegenwart von brennbaren Gasen oder Dämpfen betrieben werden. Ein Betrieb von elektrischen Geräten unter diesen Bedingungen stellt immer eine eindeutige Gefährdung der Sicherheit dar.

Bauen Sie keine Austauschteile ein und nehmen Sie keine nicht autorisierten Veränderungen am Gerät vor.

Kondensatoren in diesem Gerät können noch geladen sein, obwohl das Gerät von der Netzversorgung getrennt worden ist. In diesem Gerät treten gefährliche Spannungen auf, die zu ernsthaften Personenschäden führen können. Die Handhabung, Überprüfung und Einstellung des Gerätes ist mit äußerster Vorsicht auszuführen.

Beachten Sie bei der Handhabung von Lösungsmitteln die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. das Tragen von Schutzbrille, Handschuhen und Schutzkleidung), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, speziell beim Einsatz von giftigen oder gesundheitsgefährlichen Lösungsmitteln.

Richtlinie 2002/96/EG (WEEE) über die Verwertung von Elektro- und Elektronik-Altgeräten

Auszug

Die WEEE-Richtlinie (Waste Electrical and Electronic Equipment) 2002/96/EG, die von der EU-Kommission am 13. Februar 2003 verabschiedet wurde, sieht ab dem 13. August 2005 eine Herstellerverantwortung für die Verwertung aller Elektro- und Elektronik-Geräte vor.

HINWEIS



Dieses Produkt entspricht den Kennzeichnungsanforderungen der WEEE-Richtlinie (2002/96/EG). Das Produktsymbol unten weist darauf hin, dass Sie dieses Elektro(nik)gerät nicht im Hausmüll entsorgen dürfen.

Produktkategorie: Gemäß den in der WEEE-Richtlinie, Anhang I, aufgeführten Gerätetypen ist dieses Produkt als „Überwachungs- und Kontrollgerät" klassifiziert.

Entsorgen Sie es nicht im normalen Hausmüll.

Wenn Sie unerwünschte Produkte zurückgeben möchten, setzen Sie sich bitte mit der nächstgelegenen Service-Niederlassung von Agilent in Verbindung oder informieren Sie sich im Internet unter www.agilent.com.

Lithiumbatterien

WARNUNG

Gebrauchte Lithiumbatterien sind Sondermüll und dürfen nicht mit dem Restmüll entsorgt werden. Der Transport entladener Lithiumbatterien durch Transportunternehmen, die den Vorschriften der IATA/ICAO, ADR, RID oder IMDG unterliegen, ist nicht zulässig.

Bei Verwendung falscher Batterien besteht Explosionsgefahr.

→ Beachten Sie bei der Entsorgung gebrauchter Lithiumbatterien die gesetzlichen Richtlinien des jeweiligen Landes.

→ Verwenden Sie als Ersatz den vom Gerätehersteller empfohlenen Batterietyp bzw. einen äquivalenten Typ.

Funkstörungen

Die von Agilent Technologies gelieferten Kabel sind bestens gegen Störstrahlung abgeschirmt. Alle Kabel entsprechen den Sicherheits- und EMC-Anforderungen.

Tests und Messungen

Wenn Test- und Messgeräte mit nicht abgeschirmten Kabeln verwendet werden und/oder Messungen an offenen Aufbauten durchgeführt werden, hat der Benutzer sicherzustellen, dass unter diesen Betriebsbedingungen die Anlage der oben genannten Genehmigung entspricht.

Geräuschemission

Herstellerbescheinigung

Diese Erklärung dient der Erfüllung der Bedingungen der deutschen Richtlinie für Geräuschemissionen vom 18. Januar 1991.

Dieses Gerät hat einen Schallpegel von weniger als 70 dB (Bedienerposition).

- Schallpegel Lp < 70 dB (A)
- Am Arbeitsplatz
- Im Normalbetrieb
- Gemäß ISO 7779:1988/EN 27779/1991 (Typprüfung)

UV-Strahlung (nur UV-Lampen)

Die Abstrahlung von ultravioletter Strahlung (200-315 nm) durch dieses Gerät ist begrenzt, so dass die Strahlenbelastung für die ungeschützte Haut oder die Augen des Bedienungs- oder Servicepersonals geringer als die folgenden zulässigen Grenzwerte ist:

Tabelle 45 Grenzwerte für UV-Strahlung

Exposition/Tag	Effektive Bestrahlungsstärke
8 Stunden	0,1 µW/cm^2
10 Minuten	5,0 µW/cm^2

Typischerweise sind die Strahlungswerte erheblich geringer als diese Grenzwerte:

Tabelle 46 Typische Werte für UV-Strahlung

Position	Effektive Bestrahlungsstärke
Lampe eingebaut, 50 cm Abstand	durchschnittlich 0,016 µW/cm^2
Lampe eingebaut, 50 cm Abstand	maximal 0,14 µW/cm^2

Informationen zu Lösungsmitteln

Flusszelle

So bewahren Sie die optimale Funktionsfähigkeit der Flusszelle:

- Vermeiden Sie den Gebrauch alkalischer Lösungen (pH > 9,5), welche Quarz angreifen und damit die optischen Eigenschaften der Flusszelle verändern können.
- Wenn die Flusszelle bei Temperaturen unter 5 °C transportiert wird, muss sie mit Alkohol gefüllt sein.
- Wässrige Lösungen in der Flusszelle können zu Algenwachstum führen. Lassen Sie deshalb keine wässrigen Lösungsmittel in der Flusszelle stehen. Fügen Sie einen geringen Prozentsatz organischer Lösungsmittel zu (z. B. ~5 % Acetonitril oder Methanol).

Umgang mit Lösungsmitteln

Beachten Sie die folgenden Empfehlungen bei der Wahl der Lösungsmittel.

- Braune Glasware kann Algenwachstum verhindern.
- Kleine Partikel können die Kapillarleitungen und Ventile dauerhaft verstopfen. Filtern Sie Lösungsmittel daher immer mit 0,4-µm-Filtern.
- Vermeiden Sie den Gebrauch der folgenden Stahl korrodierenden Lösungsmittel:
  - Lösungen von Alkalihalogeniden und ihren entsprechenden Säuren (z. B. Lithiumjodid, Kaliumchlorid),
  - hohe Konzentrationen anorganischer Säuren wie Schwefelsäure und Salpetersäure speziell bei höheren Temperaturen (falls es Ihre chromatographische Methode zulässt, sollten stattdessen Phosphorsäure- oder Phosphatpufferlösungen eingesetzt werden, die weniger korrosiv auf Edelstahl wirken),
  - halogenierte Lösungsmittel oder Gemische, die Radikale und/oder Säuren bilden, wie beispielsweise:

    $2\ CHCl_3 + O_2 \rightarrow 2\ COCl_2 + 2\ HCl$

(Diese Reaktion, die wahrscheinlich durch Edelstahl katalysiert wird, läuft in getrocknetem Chloroform schnell ab, wenn durch den Trocknungsprozess der als Stabilisator fungierende Alkohol entfernt wurde.),

- chromatographiereine Ether, die Peroxide enthalten können (z. B. THF, Dioxan, Di-Isopropylether) und daher über trockenem Aluminiumoxid, an dem die Peroxide adsorbiert werden, filtriert werden sollten,
- Lösungsmittel, die stark komplexbildende Verbindungen enthalten (z. B. EDTA),
- Mischungen von Tetrachlorkohlenstoff mit 2-Propanol oder THF.

Agilent Technologies im Internet

Die neuesten Informationen über Produkte und Dienstleistungen von Agilent Technologies erhalten Sie im Internet unter

http://www.agilent.com

Software-Vokabular

A

Adjust
  Adjust (Anpassen)

C

Calibrations
  Kalibrierungen

D

Dark
  Dunkelstrom

Detectors
  Detektoren

Diagnosis > Maintenance > FLD Calibration
  Diagnosis (Diagnose) > Maintenance (Wartung) > FLD Calibration (FLD-Kalibrierung)

Dual WL
  doppelte WL

E

economy mode
  Economy (Energiesparmodus)

EMF counters
  EMF-Zähler

EMF Counters
  EMF-Zähler

EMF Limits
  EMF-Maximalwerts

F

FLD-Signals
  FLD-Signals (FLD-Signale)

L

lamp on during run
  „Lamp on during Run“ (Lampe während Analyse ein)

LAMP ON during run
  LAMP ON during run (Lampe während Analyse ein)

M

Maintenance > FLD > Calibration
  Maintenance (Wartung) > FLD > Calibration (Kalibrierung)

Module Info
  Modulinformation

Module Service Center
  Modulservicecenter

O

Others
  Sonstige

P

Peakwidth
  Peakbreite

Peakwidth (Responsetime)
  Peakbreite (Ansprechzeit)

POWER ON
  EINGESCHALTET

PREPARE
  VORBEREITEN

Pumps
  Pumpen

R

READY
  BEREIT

S

Samplers
  Probengeber

SHUT DOWN
  ABSCHALTEN

Signals
  Signale

START REQUEST
  ABFRAGE STARTEN

STOP
  STOPP

T

Test Chromatogram
  Testchromatogramm

Threshold
  Schwellenwert

Timetable
  Zeitplan

Tools
  Werkzeug

Y

Yes
  Yes (Ja)

Index

www.agilent.com

Inhalt dieses Buchs

Dieses Handbuch enthält technische Referenzinformationen zum Fluoreszenzdetektor Agilent 1260 Infinity (G1321B SPECTRA, G1321C) und zum Agilent Fluoreszenzdetektor G1321A der Serien 1100/1200 (obsolet).

- Einführung und Spezifikationen
- Installation
- Verwendung und Optimierung
- Fehlerbehebung und Diagnose
- Wartung
- Teilebezeichnung
- Sicherheitshinweise und weitere Informationen

© Agilent Technologies 2010-2012, 2013

Printed in Germany
05/2013

G1321-92014

Agilent Technologies